

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Odczynniki Octan etylu	6193-48
		Zamiast BN-75/6193-48
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest octan etylu stosowany jako odczynnik chemiczny. Jest substancją łatwopalną.

Octan etylu ma:

a) wzór sumaryczny — $C_4H_8O_2$,

b) wzór strukturalny — $CH_3 - \overset{\overset{O}{\parallel}}{C} - O - C_2H_5$

c) masę molową — 88,11 g/mol,

d) nazwę systematyczną — ester etylowy kwasu octowego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się w normie dwa gatunki octanu etylu oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia octanu etylu czystego do analizy:

OCTAN ETYLU cz.d.a. BN-87/6193-48

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan etylu powinien być cieczą bezbarwną, przezroczystą, o charakterystycznym zapachu, palną.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy 1.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Octan etylu, $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,0	98,8 ¹⁾
b) Gęstość (d_4^{20}), g/ml, w granicach	0,899 ÷ 0,901	0,899 ÷ 0,901
c) Substancji nielotnych, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0025	0,0050
d) Wolnych kwasów (w przeliczeniu na CH_3COOH), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,010
e) Substancji organicznych obcych	wg 5.3.5	wg 5.3.5
f) Wody, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	0,15

¹⁾ Dla potrzeb eksportu zaw. octanu etylu nie mniej niż 99%.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Octan etylu należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe. Octan etylu należy pakować w butelki ze szkła brunatnego wg BN-79/6831-13 z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 kwietnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1987, poz. 25)

Wielkość opakowania: 0,5, 1, 2,5 l.

Balony szklane — wg PN-83/O-79710, zamknięte korkiem i obwiązane folią, umieszczone w koszach metalowych wyłożonych watą szklaną.

Wielkość opakowania: 40 l.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpieczy ono produkt w sposób nie gorszy, niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią:

a) skrzynki z tarcicy dla odczynników wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 2 i odmiany 1,

b) dla balonów — kosze metalowe.

Na życzenie odbiorcy i przewoźnika dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-79/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001, umieszczając znak niebezpieczeństwa dla materiałów ciekłych zapalnych oraz wg przepisów RID/ADR — nalepka nr 3 „Materiały ciekłe zapalne“.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo zgodnie z PN-85/O-79252:

a) znak niebezpieczeństwa dla substancji łatwopalnych zgodnie z przepisami transportowymi o przewożeniu materiałów niebezpiecznych „Materiały ciekłe zapalne“ nr 3 wg RID/ADR,

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i p. 2.4.3.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową.

4.4. Przechowywanie. Octan etylu należy przechowywać w opakowaniach wg 4.2, w krytych, suchych i dobrze wentylowanych magazynach dostosowanych do przechowywania substancji łatwopalnych. Liczba warstw składowania: dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy, dla balonów w koszach metalowych — 1 warstwa.

Okres gwarancji: 2 lata.

4.5. Transport. Octan etylu materiał niebezpieczny klasy 3 p. 3b) wg RID/ADR opakowany i oznakowany wg 4.2 należy przewozić zgodnie z przepisami transportowymi obowiązującymi dla materiałów tej klasy¹⁾. Liczba warstw ładowania: dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy, dla balonów w koszach metalowych — 1 warstwa.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości octanu etylu (3.2a),
- c) oznaczanie gęstości (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości substancji nielotnych (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2d),
- f) sprawdzenie nieobecności obcych substancji organicznych (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości wody (3.2f),

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1000 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzenie wyglądu. Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy wewnętrznej 20 mm wlać tyle octanu etylu, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm. Próbkę oglądać w świetle dziennym nie uzbrojonym okiem wzdłuż osi cylindra na białym tle.

5.3.2. Oznaczanie zawartości octanu etylu metodą chromatografii gazowej

5.3.2.1. Zasada metody. Zasada metody polega na chromatograficznym rozdzieleniu octanu etylu od zanieczyszczeń i dodanego wzorca wewnętrznego oraz ilościowym oznaczaniu zawartości głównego składnika.

5.3.2.2. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny,

b) Kolumna chromatograficzna długości 4 m, średnicy wewnętrznej 4 mm, wypełniona chromosorbem WAW o uziarnieniu $0,25 \div 0,10$ (60/80 mesh) pokrytym dwuglicerolem w ilości 15% masy chromosorbu.

Kolumnę nowo napełnioną należy wygrzewać w temperaturze 120°C w ciągu 24 h przy przepływie azotu w ilościach $40 \div 60$ ml/min.

Graniczna temperatura stosowania: 150°C .

c) Mikrostrzykawka pojemności 1 μl .

d) Strzykawka pojemności 2 ml.

e) Planimetr biegunowy, integrator lub lupka.

5.3.2.3. Odczynniki

a) Azot sprężony techniczny gat. I wg PN-71/C-84912.

b) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.

c) Propanol-1 czystości powyżej 99,5% (m/m).

d) Propanol-2 czystości powyżej 99,5% (m/m).

e) Wodór techniczny gat. I wg PN-61/C-84908.

5.3.2.4. Wykonanie oznaczania

Uregulować:

- a) przepływ azotu 30 ml/min,
- b) przepływ wodoru w granicach 30 ml/min lub wg instrukcji aparatu,
- c) przepływ powietrza 10-krotnie wyższy od przepływu wodoru,
- d) temperaturę kolumny — 60°C ,
- e) temperaturę detektora — 125°C ,
- f) temperaturę wlotu — 80°C .

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Począć na ustabilizowanie linii zerowej rejestratora. Mikrostrzykawką wprowadzić do kolumny chromatograficznej 1 μ l badanego octanu etylu i zarejestrować chromatogram I, dobierając czułość tak, by piki wszystkich zanieczyszczeń były zapisane przy maksymalnej czułości, przy której mieszczą się na skali papieru rejestracyjnego, a pik octanu etylu przy tak zmniejszonej czułości, by również mieścił się na skali papieru rejestracyjnego.

Na chromatogramie nie powinien występować pik wzorca wewnętrznego, tj. pik o czasie retencji 3,85 liczony względem octanu etylu. W przypadku obecności pików o tym czasie retencji należy zastosować jako wzorzec wewnętrzny propanol-1 (względny czas retencji 7,8) w miejsce propanolu — 2.

Następnie odważyć z dokładnością do 0,00002 g w dowolnym, szczelnie zamkniętym naczyniu pojemności 25 ml około 20 g badanego octanu etylu, strzykawką pojemności 2 ml dodać około 0,0500 g wzorca wewnętrznego propanolu-2 i ponownie zważyć.

0,5 μ l otrzymanej mieszanki wprowadzić do kolumny chromatograficznej i zarejestrować chromatogram II przy maksymalnej czułości, by piki wszystkich zanieczyszczeń mieściły się na skali papieru rejestracyjnego.

Zmierzyć za pomocą planimetru biegunowego lub integratora powierzchnie pól pików poszczególnych zanieczyszczeń oraz powierzchnię pików propanolu-2 na chromatogramie II.

5.3.2.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość octanu etylu X_1 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = 100 \left(1 - \frac{G_w}{G_p} \cdot \frac{A_i}{A_w} \right) - X_3 \quad (1)$$

w którym:

- G_w — masa propanolu-2 wprowadzona do badanej próbki, g,
- X_3 — zawartość wody oznaczona wg 5.3.7.
- G_p — masa badanego octanu etylu, g,
- A_i — suma powierzchni pików zanieczyszczeń,
- A_w — powierzchnia pików wzorca wewnętrznego propanolu-2.

5.3.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,25%.

5.3.3. Oznaczanie gęstości d_4^{20} — wg PN-85/C-04004 p. 2.3 wykonać piknometrem.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych. 200,0 g badanego octanu etylu zważonego z dokładnością do 0,01 g wprowadzić porcjami do parownicy kwarcowej lub platynowej pojemności 50 ÷ 70 ml, wysuszonej uprzednio w suszarce elektrycznej w temperaturze 105°C do stałej masy i odważonej z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nielotnych X_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

- a — masa wysuszonej pozostałości po odparowaniu, g,
- m_1 — masa badanego octanu etylu, g.

5.3.5. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (w przeliczeniu na CH_3COOH)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany, zubożony wobec fenoloftaleiny.
- b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$.
- c) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 0,1%, przygotowany wg PN-81/G-06501 p. 2.2.17.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Do 25,0 ml alkoholu etylowego dodać 27,5 ml badanego octanu etylowego (25 g odczynnika odważonego z dokładnością do 0,01 g) oraz 2 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do słabo różowego zabarwienia roztworu trwałego w ciągu 30 s.

Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na CH_3COOH X_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_3 \cdot 0,0006 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

- V_3 — objętość wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$ zużyta do miareczkowania, ml,
- 0,0006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, g,
- m_2 — masa badanego octanu etylu, g.

5.3.6. Sprawdzenie nieobecności obcych substancji organicznych

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory.

- a) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,0033 \text{ ml/l}$, świeżo przygotowany.
- b) Jod cz.d.a., roztwór alkoholowy o $c(1/2 \text{J}_2) = 0,0005 \text{ mol/l}$.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a., o $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,83 \text{ g/ml}$

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 ml badanego octanu etylu umieścić w probówce pojemności 20 lub 25 ml w zimnej łaźni wodnej. Do próbki dodawać porcjami 2 ml kwasu siarkowego, uważając, aby temperatura roztworu podwyższyła się najwyżej do 40°C i natychmiast sprawdzić zabarwienie.

Badany octan etylu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli dla odczynnika cz.d.a. i cz. zabarwienie nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego, zawierającego 4 ml roztworu jodu i 0,1 ml roztworu nadmanganianu potasowego.

5.3.7. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-81/C-04959 p. 2.6.2 w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$, pobierając do oznaczania pipetą 50 ml badanego octanu etylu.

Zawartość wody X_4 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V_4 \cdot T \cdot 100}{V_5 \cdot d_4^{20}} \quad (4)$$

w którym:

V_4 — objętość roztworu odczynnika Fischera zużyta

do miareczkowania badanego octanu etylu, ml,

T — miano odczynnika Fischera, oznaczone wg PN-81/C-04959 p. 2.5.9,

V_5 — objętość pobranej próbki octanu etylu, ml,

d_4^{20} — gęstość względna badanego octanu etylu oznaczona wg 5.3.3, g/ml.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-75/6193-48

a) zmieniono metodę oznaczania zawartości octanu etylu — wprowadzono metodę chromatograficzną,

b) zrezygnowano z oznaczania temperatury destylacji,

c) wykreślono gatunek ch.cz.

3. Normy i dokumenty związane

PN-85/C-04004 Ropa naftowa i przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84913 Powietrze sprężone

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200-EUR

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-83/O-79710 Balony szklane

BN-79/6831-13 Opakowanie jednostkowe szklane. Butelki typu POCh do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz.TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla Międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz.TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo Przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.).

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbole wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Autor projektu normy — mgr inż. E. Kotowicz — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.