

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-77 6026-14
	Etylobenzen techniczny	Zamiast BN 65 6026 14
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest etylobenzen techniczny otrzymywany przez alkilowanie benzenu etylenem w obecności chlorku glinowego i wydzielenie go z produktów reakcji

Etylobenzen ma

- a) wzór sumaryczny C_8H_{10} ,
 b) wzór budowy $C_6H_5 - C_2H_5$,
 c) masę cząsteczkową 106,16 1961),

Etylobenzen zalicza się do cieczy łatwo palnych

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Etylobenzen techniczny stosowany jest głównie do produkcji styrenu i innych związków organicznych

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki etylobenzenu oznaczonego rzymskimi cyframi I i II

2.2. Przykład oznaczenia etylobenzenu technicznego gatunku I

ETYLOBENZEN TECHNICZNY I BN-77/6026-14

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Etylobenzen techniczny powinien być cieczą o charakterystycznym zapachu, bez zanieczyszczeń mechanicznych i kropelek wody dostrzegalnych nieuzbrojonym okiem

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	I	II
a) Barwa według skali Pt-Co, stopnie, nie więcej niż	15	15
b) Etylobenzen, %, nie mniej niż	99,7	99,4
c) Benzenu, %, nie więcej niż	0,01	0,02
d) Tolenu, %, nie więcej niż	0,2	0,3
e) Niearomatów, %, nie więcej niż	0,2	0,3
f) Kumenu, węglowodorów wyższych i ksilenów, %, nie więcej niż	0,2	0,25
g) Dwuetylobenzenu, %, nie więcej niż	0,015	0,02
h) Siarki całkowitej, %, nie więcej niż	0,01 ¹⁾	0,015 ¹⁾
i) Chloru, %, nie więcej niż	0,001	0,002

¹⁾ W okresie od 1 października do 31 marca przyjmuje się dla gatunku I - 0,015%, a dla gatunku II - 0,02%

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Etylobenzen techniczny przewozić w cysternach stalowych, zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu kolejowego materiałów niebezpiecznych¹⁾ Na każdej cysternie należy umieścić napis zawierający

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 28 lutego 1977 r
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1977 r
 (Dz Norm i Miar nr 10/1977 poz 33)

- a) nazwę lub znak zakładu produkującego,
 b) oznaczenie wg 2 2,
 c) masę brutto i netto,
 d) znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwo palnych wg PN-76/O-79252 p 2 3 4

Etylobenzen techniczny należy przechowywać w zbiornikach stalowych

5. BADANIA

5.1. Program badań – wg tabl 2

Tablica 2

Badania	Badania	
	pełne	niepełne
a) Sprawdzanie wymagań ogólnych (3 1)	+	+
b) Oznaczanie barwy (3 2a)	+	
c) Oznaczanie zawartości etylobenzenu (3 2b)	+	+
d) Oznaczanie zawartości benzenu (3 2c)	+	+
e) Oznaczanie zawartości toluenu (3 2d)	+	+
f) Oznaczanie zawartości niearomatów (3 2e)	+	+
g) Oznaczanie zawartości kumenu, węglowodorów wyższych i ksylenów (3 2f)	+	+
h) Oznaczanie zawartości dwuetylobenzenu (3 2g)	+	
i) Oznaczanie zawartości siarki całkowitej (3 2h)	+	
j) Oznaczanie zawartości chloru (3 2i)	+	
+ oznacza konieczność wykonywania badania		
Badania pełne przeprowadza się raz w miesiącu i w przypadku ewentualnych zmian w procesie technologicznym		
Badania niepełne przeprowadza się dla każdej partii		

5.2. Wielkość partii. Za partię produktu przyjmuje się ilość etylobenzenu znajdującą się w jednym zbiorniku magazynowym, nie większą jednak niż 1000 t

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować postanowienia PN-67/C-04500

U producenta próbki pierwotne należy pobierać ze zbiornika próbnikiem 6 wg PN-74/C-60008, natomiast u odbiorcy próbki należy pobierać z cystern próbnikiem 1 lub 2 wg PN-74/C-60008

Próbki pierwotne należy połączyć i dokładnie wymieszać, a następnie z tak przygotowanej próbki ogólnej należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną, której objętość nie może być mniejsza niż 1000 cm³

Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczają się do badań, a drugą przechowuje do analizy rozjemczej w ciągu 6 tygod-

ni od daty wysyłki w przypadku obrotu krajowego, w przypadku eksportu – w ciągu 6 miesięcy

Jeżeli u odbiorcy analiza średniej próbki laboratoryjnej jest niezgodna z wymaganiami normy, należy sprawdzić jakość produktu zawartego w poszczególnych cysternach

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Nieobecność zanieczyszczeń mechanicznych i kropelek wody należy sprawdzić nieuzbrojonym okiem

5.4.2. Oznaczanie barwy – wg EN-71/6020-02

5.4.3. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń

5.4.3.1. Zasada oznaczania polega na chromatograficznym rozdzieleniu poszczególnych zanieczyszczeń etylobenzenu technicznego w układzie gaz – ciecz i obliczeniu ich zawartości

5.4.3.2. Aparaty i przyrządy

a) Chromatograf gazowy z detektorem jonizacyjno-plotmieniowym o czułości takiej, aby wysokość piksu mezytylenu (wzorzec wewnętrzny) o stężeniu 0,001% w podanych warunkach pracy była przynajmniej dwa razy wyższa od wysokości szumów aparatu

b) Rejestrator taśmowy o szerokości zapisu nie mniej jak 200 mm i całkowitym przebiegu piórka poniżej 1 s

c) Integrator elektroniczny lub planimetr bregunowy albo lupa Brinella wraz z linijką do pomiaru powierzchni piksu

d) Mikrostrzykawkki pojemności 0,025 cm³ i 0,001 cm³ (25 i 1 mikrolitr)

e) Kolba pomiarowa pojemności 50 cm³

5.4.3.3. Odczynniki i materiały

a) Polifenyloeter OS 138 do chromatografii

b) Wodór techniczny sprężony wg PN-61/C-84908

c) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913

d) Azot techniczny sprężony wg PN-71/C-84912

e) Mezytylen cz d a

f) Chloroform cz d a

5.4.3.4. Przygotowanie kolumny chromatograficznej.

Bardzo czystą i suchą rurkę stalową o średnicy 1 mm i długości 50 m napełnić w strumieniu suchego azotu 10-procentowym roztworem polifenyloeteru w chloroformie, a następnie przepuszczać jeszcze przez kilka godzin przez kolumnę suchy azot z szybkością przepływu 5 cm³/min

Tak przygotowaną kolumnę podłączyć do chromatografu i ogrzewać do temperatury 220°C z szybkością 0,5°C/min, po czym prowadzić w dalszym ciągu ogrzewanie przez 40 godz

Dopuszcza się stosowanie innego wypełnienia i kolumny chromatograficznej o innych wymiarach, pod warunkiem otrzymania dostatecznego rozdziatu występujących zanieczyszczeń w etylobenzenu w ilości 0,01%

5.4.3.5. Przygotowanie aparatu chromatograficznego do oznaczania. Oznaczanie wykonac przy następujących parametrach

- temperatura kolumny $102 \pm 2^{\circ}\text{C}$,
- szybkość przepływu gazu nosnego $5 - 10 \text{ cm}^3/\text{min}$,
- szybkość przepływu wodoru i powietrza w detektorze jonizacyjno-płomieniowym - zgodnie z instrukcją aparatu,
- szybkość przesuwu taśmy rejestratora - nie mniejsza niż $10 \text{ mm}/\text{min}$

5.4.3.6. Wykonanie oznaczania Do suchej kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 , zważonej z dokładnością do $0,0001 \text{ g}$, odmierzyć mikrostrzykawką $0,0025 \text{ cm}^3$ (25 mikrolitra) mezytylenu i zważyć, a następnie dodać 50 cm^3 badanego etylobenzenu, po czym kolbę zważyć z tą samą dokładnością. Do kolumny chromatograficznej wstrzyknąć mikrostrzykawką $0,0001 - 0,0002 \text{ cm}^3$ (0,1 - 0,2 mikrolitra) roztworu mezytylenu w etylobenzenie.

Zmierzyć powierzchnię pików planimetrem lub integratorem.

Interpretację jakościową przeprowadzić na podstawie wzorcowego chromatogramu lub podanych w tabl. 3 względnych czasów retencji.

Tablica 3

Składniki	Względne czasy retencji
Benzen	0,36
Toluen	0,45
Niearomaty	0,20-0,65
Etylobenzen	0,65
p-Ksylan	0,74
m-Ksylan	0,75
o-Ksylan	0,76
Kumen	0,79
n-Propylobenzen	0,87
Etylotoluen	0,95
Mezytylen	1,00
Izo-butylobenzen	1,052
n-Etylobenzen	1,10
p-Dwuetylobenzen	1,39
m-Dwuetylobenzen	1,46
n-Dwuetylobenzen	1,56

Wzorcowy chromatogram - wg rysunku

5.4.3.7. Obliczanie wyników Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń w etylobenzenie (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{A_m \cdot m_s}{A_s \cdot m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym

- A_m - powierzchnia pików obliczanego składnika, mm^2 ,
- m_s - masa mezytylenu, g,
- A_s - powierzchnia pików mezytylenu (wzorec wewnętrzny), mm^2 ,
- m - masa etylobenzenu, g

Za wynik zawartości poszczególnych zanieczyszczeń należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch analiz chromatograficznych, między którymi różnica nie powinna być większa niż $\pm 10\%$ wartości bezwzględnych.

Zawartość etylobenzenu (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = 100 - \sum X_1 \quad (2)$$

w którym $\sum X_1$ - sumaryczna zawartość zanieczyszczeń

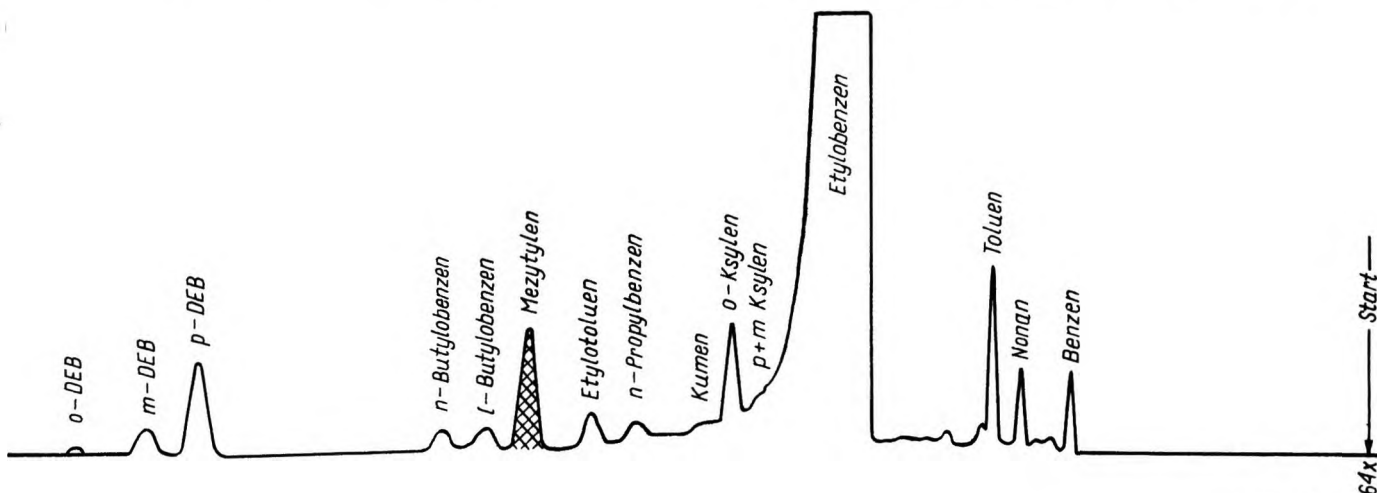
5.4.4. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej należy wykonać wg BN-71/0532-07, z tym że przy sporządzaniu krzywej wzorcowej (p. 2.3.2) należy użyć 1N roztwór kwasu siarkowego 1 cm^3 przygotowanego roztworu kwasu siarkowego powinien zawierać $0,0001 \text{ g}$ siarki.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chloru należy wykonać wg BN-71/0532-07, stosując następujące przepływy gazów

- wódór - $200 \text{ l}/\text{h}$,
- tlen I - $100-150 \text{ l}/\text{h}$,
- tlen II - $500-600 \text{ l}/\text{h}$

Jako ciecz absorbującą chlorowodor należy stosować mieszaninę 45 cm^3 3-procentowego roztworu nadtlenku wodoru i 5 cm^3 1-procentowego roztworu węgla sodowego.

Do kolorymetrycznego oznaczania chloru stosuje się wodny roztwór rodanku rtęciowego o stężeniu $0,5 \text{ g}/\text{dm}^3$.



5.5. Interpretacja wyników. Wyniki wszystkich oznaczeń należy podawać z dokładnością określoną w wymaganiach po zaokrągleniu wszystkich zawartości wg PN-70/N-02120 p 3 3 2 (metoda Z)

5.6. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii produktu uznanej za zgodną z wymaganiami normy należy wystawić i przesać odbiorcy świadectwo, w którym należy między innymi podać wyniki z przeprowadzonych badań

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne Blachowania w Kędzierzynie-Koźlu

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6026-14

- a) wprowadzono dwa gatunki etylbenzenu,
- b) wyeliminowano oznaczanie zakresu wrzenia z równoczesnym wprowadzeniem oznaczania głównego składnika oraz składników ubocznych metodą chromatografii gazowej,
- c) wyeliminowano oznaczanie gęstości, odczynu wyciągu wodnego i stopnia zabarwienia produktu z kwasem siarkowym,
- d) wprowadzono oznaczanie barwy, siarki i chlorków

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony
- PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny
- PN-74/C-84913 Powietrze sprężone
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-76/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

BN-71/0532-07 Oznaczanie zawartości siarki i chloru w lekkich produktach naftowych metodą Wickbolda

BN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych
Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r (Dz TIZK nr 20 poz 84 z 1968 r)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej stanowiące załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz TIZK nr 7 z 1968 r poz 35)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (PID) stanowiący załącznik 1 do konwencji CIM (Dz U nr 21 poz 137 z dnia 29 czerwca 1968 r)

4. Normy zagraniczne

Bułgaria BDS 11051-73 **Этилбензол - Нефтен Чист**
Rumunia STAS 7811-67 Etilbenzen
ZSRR ГОСТ 9885-60 **ЭТИЛБЕНЗОЛ ТЕХНИЧЕСКИЙ**

5. Autorzy projektu normy - mgr inż Czesław Grabiński, mgr inż Adela Wandrasz, mgr inż Kazimierz Bodora, Teresa Sypień - Zakłady Chemiczne BLACHOWNIA w Kędzierzynie-Koźlu

39 **BN-77/6026-14 Etylobenzen techniczny**
X 21

W punkcie 5 4 3 4, zamiast 40 godz, powinno być 40 h

(Biuletyn PKNMiJ nr 4/80 poz 27)

zmiana 1
6 12 79 r

przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego
i Petrochemicznego „Petrochemia”

2 **BN-77/6026-14 Etylobenzen techniczny**
1021

W punkcie 3 2, tabl 1 zmienia się następująco

zmiana 2
9 9 81 r

Wymagania	Gatunek	
	I	II
a) Barwa według skali Pt-Co, stopnia, nie więcej niż	15	15
b) Etylobenzen, %, nie mniej niż	99,7	99,4
c) Benzenu, toluenu, niearomatów, %, nie więcej niż	0,3	0,5
w tym niearomatów, %, nie więcej niż	0,2	0,3
d) Kumeny, węglowodorów wyższych i ksylenów, %, nie więcej niż	0,2	0,25
e) Dwuetylobenzenu, %, nie więcej niż	0,015	0,02
f) Siarki całkowitej, %, nie więcej niż	0,01 ¹⁾	0,015 ¹⁾
g) Chloru, %, nie więcej niż	0,001	0,002

¹⁾ w okresie od 1 października do 31 marca przyjmuje się dla gatunku I — 0,015%, a dla gatunku II — 0,02%

zmiana 1 — Biuletyn PKNiM nr 4/80 poz 27

(Biuletyn PKNMiJ nr 11—12/81 poz 111)