

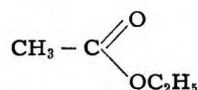
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Octan etylu techniczny	6026-61
		Grupa katalogowa X 25 ¹⁾

1 WSTĘP

1.1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest octan etylu techniczny otrzymywany przez kondensację aldehydu octowego lub przez estryfikację kwasu octowego alkoholem etylowym

Octan etylu ma

- a) wzor sumaryczny $C_4H_8O_2$
- b) wzor strukturalny



- c) masę cząsteczkową 88,107 (1961),
- d) nazwę systematyczną ester etylowy kwasu octowego

1.2 Zakres stosowania przedmiotu normy Octan etylu techniczny stosuje się w przemyśle farb i lakierów do rozpuszczania nitrocelulozy, celulozoidu, acetylocelulozy, eterów celulozy, żywic poliakrylowych i poliwinylowych, chlorokauczuku, polistyrenu, szelaku syntetycznego, kalafonii, tłuszczów, olejów oraz jako półprodukt w przemyśle organicznym

1.3 Normy związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe Oznaczenie gęstości (masy właściwej)
- PN-65/C-04086 Przetwory naftowe Oznaczenie zawartości wody metodą Fischera
- PN-69/C-04512 Produkty organiczne Oznaczenie granic temperatur wrzenia
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby Przyrządy do pobierania próbek Zgłębniki do produktów ciekłych
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

¹⁾ Symbol wg SWW 1241-722

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi
BN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1 Gatunki W zależności od stopnia czystości i zawartości głównego składnika rozróżnia się trzy gatunki octanu etylu technicznego gatunek specjalny oznaczony literą S oraz dwa gatunki oznaczone cyframi rzymskimi I i II

2.2 Przykład oznaczenia octanu etylu technicznego gatunku specjalnego

OCTAN ETYLU TECHNICZNY S BN-73/6026-61
SWW 1241-722

3 WYMAGANIA

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	S	I	II
a) Wygląd zewnętrzny	ciecz przezroczysta, bez zanieczyszczeń mechanicznych		
b) Barwa wg skali platynowo-kobaltowej, stopnie, nie więcej niż	5	10	40
c) Gęstość ρ_4^{20}	0,899—0,901	0,897—0,901	0,888—0,901
d) Octanu etylu, %, nie mniej niż	99	98	90

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 7 sierpnia 1973 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1974 r
(Dz Norm i Miar nr 23/1974 poz 73)

cd tabl 1

Wymagania	Gatunki		
	S	I	II
e) Destylacja co najmniej 96% powinno przedestylować w granicach temperatur, °C	75,5—77,5	74,5—78	nie normalizuje się
f) Kwasow w przeliczeniu na kwas octowy, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
g) Pozostałość po odparowaniu, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,02
h) Wody, %, nie więcej niż	0,05	0,15	wytrzymuje badanie wg 5 4 9

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4 1 Pakowanie Octan etylu techniczny w gatunku S należy dostarczać w cysternach ze stali kwasoodpornej lub autocysternach, natomiast w gatunku I i II — w cysternach stalowych lub w bębnach wg BN-69/5046-03 podtyp 1 lub 2, rodzaj 1, odmiana 2, 4 lub 5, pojemności 200 dm³. Dopuszcza się stosowanie pojemników polietylenowych. Opakowania należy napełniać najwyżej do 93% ich pojemności.

Opakowania należy przed napełnieniem dokładnie wysuszyć. Na każdym bębnie należy umieścić wykonane wg PN-67/O-79252 oznakowanie, zawierające co najmniej następujące dane

- nazwę zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2 2,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji,
- znak ostrzegawczy dla materiałów łatwopalnych wg PN-67/O-79252 p 2 3 3

Na cysternie należy umieścić oznakowanie co najmniej wg a), b), e)

Pakowanie i znakowanie produktu przeznaczonego na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem

4 2 Przechowywanie Octan etylu techniczny należy przechowywać w zamkniętych zbiornikach stalowych mających zabezpieczenie przed cofnięciem się płomienia z przerywaczem ognia lub w bębnach wg 4 1, w pomieszczeniach zamknię-

tych, wentylowanych, w temperaturze nie przekraczającej 30°C

Dopuszcza się przechowywanie pod zadaszeniem jeżeli temperatura otoczenia nie przekracza 30°C

4 3 Transport Octan etylu techniczny w bębnach należy przewozić krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu drogowego i kolejowego¹⁾. Octan etylu zalicza się do III a klasy niebezpieczeństwa RID

Bębny w środku transportowym należy ustawić ściśle obok siebie w jednej warstwie, otworami do góry, tak aby tworzyły zwartą całość i zabezpieczyć je przed przesuwaniem się i przetaczaniem

5 BADANIA

5 1 Program badań

5 1 1 Badania wykonywane dla każdej partii produktu

- sprawdzenie wyglądu (3a),
- oznaczenie barwy (3b),
- oznaczanie gęstości (3c),
- oznaczanie zawartości octanu etylu (3d),
- oznaczanie zawartości kwasów (3f),
- oznaczanie pozostałości po odparowaniu (3g)

5 1 2 Badania wykonywane tylko na żądanie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu

- oznaczanie destylacji (3e),
- oznaczanie zawartości wody (3h)

5 2 Wielkość partii Za partię produktu należy uważać zawartość najwyżej 100 bębnow lub zawartość jednej cysterny

5 3 Pobieranie próbek Probki należy pobierać wg PN/C-60008 z każdej cysterny. W przypadku produktu w bębnach, z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 3	wszystkie
4 — 5	3
6 — 25	5
26 — 63	7
64 — 100	9

U producenta dopuszcza się pobieranie próbek ze zbiorników lub pojemników, z których napełniane są opakowania transportowe, przy użyciu butelki w koszu z nieiskrzącego metalu. W tym

¹⁾ Patrz „Informacje dodatkowe”

przypadku próbki pierwotne pobiera się w liczbie 5 sztuk z całej wysokości słupa cieczy, z miejsc rozmieszczonych możliwie równomiernie wewnątrz zbiornika

Próbki pierwotne należy zlać do czystego i suchego pojemnika i wymieszać. Z tak przygotowanej próbki ogólnej należy przygotować średnią próbkę laboratoryjną o objętości nie mniejszej niż 2000 cm³

Jezeli objętość średniej próbki laboratoryjnej jest mniejsza, należy odpowiednio zwiększyć liczbę próbek pierwotnych. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej przez 6 tygodni, a w przypadku eksportu — przez 6 miesięcy od daty wysyłki

5 4 Opis badań

5 4 1 Sprawdzenie wyglądu Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy 20 mm wlać tyle badanego octanu etylu, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm. Próbkę oglądać w świetle przechodzącym

5 4 2 Oznaczenie barwy należy wykonać wg BN-71/6020-02

5 4 3 Oznaczanie gęstości należy wykonać wg PN-66/C-04004 w temperaturze 20°C, areometrem o zakresie 0,8 — 0,9 lub 0,9 — 1,0 i działce elementarnej 0,001

5 4 4 Oznaczanie zawartości octanu etylu

5 4 4 1 Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5n
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 0,5 g fenoloftaleiny rozpuścić w 100 cm³ alkoholu etylowego i dodać tyle roztworu wodorotlenku sodowego, aby uzyskać lekko różowe zabarwienie

5 4 4 2 Wykonanie oznaczania Odważyć 1,8—2,0 g badanego octanu etylu z dokładnością do 0,0002 g w uprzednio wysuszonej i zwazonej ampułce szklanej, po czym ampulkę zatopić i zwazać z tą samą dokładnością

Do kolby ze szlifem pojemności 300 cm³ wkręcić z biurety 50 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, krople ze ścianek kolby spłukać wodą destylowaną w ilości do 25 cm³ i wrzucić ampulkę z octanem etylu. Ampulkę rozgnieść pręcikiem szklanym, pręcik spłukać 25 cm³ wody destylowanej, połączyć na szlif kolbę z chłodnicą zwrotną 4—5 kulkową i zawartość kolby utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 1 godz (do ogrzewania zaleca się stosować kryty grzejnik elektryczny z regulacją pobieranej mocy w zakresie 400, 600 i 1000 W). Po odstawieniu grzejnika pozostawić kolbę pod chłodnicą zwrotną jeszcze przez 30 min i po upływie tego czasu chłodnicę przepłukać

wodą w ilości do 50 cm³, odłączyć ją od kolby, zawartość kolby ostudzić, dodać kilka kropel roztworu fenoloftaleiny i odmiareczkować nadmiar wodorotlenku sodowego roztworem kwasu solnego. Równocześnie należy wykonać ślepą próbę w tych samych warunkach

Zawartość octanu etylu (X_1) należy obliczyć, w %, według wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,04405 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym

V_1 — objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru wodorotlenku sodowego, cm³,

m — masa badanego octanu etylu, g,

0,04405 — ilość octanu etylu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, g

5 4 4 3 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2 wartości bezwzględnej

5 4 5 Destylacja Destylację należy wykonać wg PN-69/C-04512. Sprawdzać ilość produktu destylującego w określonej granicy temperatur. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5 cm³

5 4 6 Oznaczanie zawartości kwasów

5 4 6 1 Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy rektyfikowany, roztwór 96-procentowy

b) Fenoloftaleina — roztwór alkoholowy przygotowany wg 5 4 4 1c)

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n

5 4 6 2 Wykonanie oznaczania Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć cylindrem 50 cm³ rektyfikowanego alkoholu etylowego i dodać 2—3 krople roztworu fenoloftaleiny. Jezeli alkohol nie zabarwi się, dodać mikrobiuretę kilka kropli roztworu wodorotlenku sodowego do lekko różowego zabarwienia. Następnie do kolby odmierzyć cylindrem 50 cm³ badanego octanu etylu i mieszając miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego dodawanego kroplami z mikrobiurety do uzyskania lekko różowego zabarwienia utrzymującego się co najmniej przez 5 s

Zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas octowy (X_2) należy obliczyć, w %, według wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 - 0,006}{V} \frac{100}{\rho_4^{20}} \quad (2)$$

w którym

V_1 — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

V — objętość próbki badanego octanu etylu odmierzona do oznaczania, cm^3 ,

ρ_4^{20} — gęstość badanego octanu etylu oznaczona wg 5 4 3,

0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g

5 4 6 3 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,003 wartości bezwzględnej

5 4 7 Oznaczanie pozostałości po odparowaniu

5 4 7 1 Wykonanie oznaczania Do parownicy kwarcowej lub ze szkła borokrzemowego pojemności 50 cm^3 , wysuszonej uprzednio do stałej masy i zwazonej z dokładnością do 0,0002 g, dolewać porcjami uprzednio odmierzoną objętość 100 cm^3 badanego octanu etylu i odparować do sucha pod wyciągiem na łożni wodnej. Następnie parownicę wraz z pozostałością suszyć w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy

Pozostałość po odparowaniu (X_3) należy obliczyć, w %, według wzoru

$$X_3 = \frac{m}{V} \frac{100}{\rho_4^{20}} \quad (3)$$

w którym

m — masa pozostałości po odparowaniu, g,

V — objętość próbki badanego octanu etylu, cm^3 ,

ρ_4^{20} — gęstość badanego octanu etylu oznaczona wg 5 4 3

5 4 7 2 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,003 wartości bezwzględnej

5 4 8 Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-65/C-04086 p 2 6 2. Badaną próbkę o temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ należy odmierzyc strzykawką lekarską pojemności 10 cm^3

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,002 wartości bezwzględnej

5 4 9 Badanie na obecność wody Do cylindra pomiarowego pojemności 50 cm^3 odmierzyc 1 cm^3 octanu etylu, dodać 12 cm^3 toluenu cz. d. a i wymieszać. Mieszanina nie powinna zmętnieć

5 5 Zaświadczenie o jakości Dla każdej partii produktu uznanej za zgodną z wymaganiami normy należy wystawić i przesłać odbiorcy świadectwo, w którym między innymi należy podać wyniki wykonanych badań

6 POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do dnia 31 grudnia 1975 r. dopuszcza się dla Wojewódzkich Hurtowni Wyrobów Przemysłu Chemicznego przechowywanie octanu etylu w bębnach na składowiskach otwartych niezadaszonych, zraszanych wodą w okresie letnim

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6026-61

- 1) Istotne zmiany w stosunku do PN-65/C-88028
 - a) wprowadzono gatunek S o zastrzonych wymaganiach,
 - b) dla gatunku I obniżono dopuszczalną zawartość wody i zawężono zakres destylacji,
 - c) zaktualizowano sposób pobierania próbek i metody badań w oparciu o obowiązujące przepisy i normy,
 - d) dokonano weryfikacji wymagań i w ramach tego zlikwidowano wymagania dotyczące oznaczania gęstości ρ_4^{15} oraz wprowadzono oznaczanie destylacji i zawartości wody tylko na ządanie odbiorcy

Dotychczas obowiązująca PN-65/C-88028 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1974 r.

2) Octan etylu w gatunku S i I ma

- a) lotność w stosunku do eteru w granicach od 2,5 — 3,2 (metoda wg PN-62/C-04539 p 2 6),
- b) temperaturę zapłonu w granicach od -5 do -9°C (metoda wg PN/C-04007)

3) Odpowiedniki w normach zagranicznych

Anglia	BS 553 1965 Ethyl Acetate
Bułgaria	БДС 2379-56 Етил ацетат технически
NRD	TGL 6523 z 1959 Grundchemikalien Acetalacetat 98/100

Rumunia	STAS 4801-55 Acetat de etil tehnic
USA	ASTM 302-58 (nakład z 1970) Ethyl Acetate (85 to 88 per cent Grade)
Węgry	MSZ 1637-51 Etilacetat, ipari
ZSRR	ГОСТ 8981-71 Этилацетат и нормальный бутилацетат технические

4) Przepisy dla transportu

a) Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z 1968 r. wydane przez Ministerstwo Komunikacji

b) Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 z 1971 r. poz. 310)

c) Obwieszczenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 1 września 1972 r. w sprawie zatwierdzenia szczegółowych przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dziennik Taryf i Zarządzeń Komunikacyjnych nr 26 z 1972 r.)

49 **BN-73/6026-61 Octan etylu techniczny**
X 25

W punkcie 544 i 546, zamiast n, powinno być N, zamiast godz, powinno być h

(Biuletyn PKNMIJ nr 4/88 poz 27)

zmiana 1
6 12.79 r