


WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Odczynniki <i>p</i> -Dwuchlorobenzen	6191-81
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest *p*-dwuchlorobenzen czysty stosowany w pracach laboratoryjnych.

*p*-Dwuchlorobenzen ma:

a) wzór sumaryczny  $C_6H_4Cl_2$ ,

b) wzór budowy  $Cl$ -- $Cl$ ,

c) ciężar cząsteczkowy 147,00 (1961 r.),

d) nazwę systematyczną 1,4-dwuchlorobenzen.

1.2. Normy i dokumenty związane

PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera

PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

PN-54/C-04521 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości żelaza w produktach chemicznych metodą kolorymetryczną

PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej Dz. U. nr 2/1964 poz. 8 § 3.2.

2. OZNACZENIE

*p*-DWUCHLOROBENZEN cz. BN-67/6191-81

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. *p*-Dwuchlorobenzen powinien mieć postać bezbarwnych lub białych kryształów, łatwo sublimujących bez pozostałości, rozpuszczalnych w alkoholu etylowym i metylowym, benzenie i eterze etylowym.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 7 sierpnia 1967 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1968 r.  
(Mon. Pol. nr                      poz.                      )

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) Temperatura krzepnięcia, °C	52,3 ÷ 53,2
b) Wody, %, najwyżej	0,04
c) Odczyn wyciągu wodnego	obojętny
d) Żelaza w przeliczeniu na Fe <sup>3+</sup> , %, najwyżej	0,002
e) Składników nierozpuszczalnych w benzenie, %, najwyżej	0,003

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

p-Dwuchlorobenzen należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001 z dodatkowym napisem: "Ostrożnie, środek szkodliwy" - wykonanym czerwonymi literami na białym tle (Dz. U. nr 2/64). Rodzaj opakowania - słoiki szklane oranżowe. Masa (waga) netto: 100, 250, 500 i 1000 g. Na żądanie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj opakowania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa próbki ogólnej powinna wynosić 1000 ÷ 1500 g. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać w ciągu 6 tygodni, a w przypadku eksportu - w ciągu 6 miesięcy.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie temperatury krzepnięcia - wg PN/C-04514.

5.2.2. Oznaczanie zawartości wody. W kolbie pomiarowej pojemności 100 ml odważyć około 20 g p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,0002 g, wlać około 40 ml metanolu bezwodnego, wstrząsać do rozpuszczenia, po czym dopełnić do kreski bezwodnym metanolem i dokładnie wymieszać. Z przygotowanego roztworu pobrać 10 ml roztworu i wykonać oznaczenie wg PN-65/C-04086 p. 2.6.2. Równocześnie wykonać ślepią próbę z bezwodnym metanolem.

Zawartość wody ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{T \cdot (V_2 - V_1) \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V_3 \cdot 1000} = \frac{T \cdot (V_2 - V_1) \cdot 10}{m_1 \cdot V_3}$$

w którym:

- T - miano odczynnika Fischera wg PN-65/C-04086 p. 2.5.8,
- $V_1$  - objętość odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania produktu, ml,
- $V_2$  - objętość odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- $V_3$  - objętość próbki pobranej do miareczkowania, ml,
- $m_1$  - odważka badanego p-dwuchlorobenzenu, g.

5.2.3. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Błękit bromofenolowy, 0,2-procentowy roztwór w 20-procentowym alkoholu etylowym,
- b) Woda destylowana wolna od CO<sub>2</sub>, przygotowana wg PN/C-06501 p. 31.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 8 g sproszkowanego p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,2 g, wsypać do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 100 ml wody destylowanej wolnej od CO<sub>2</sub>, wstrząsać w ciągu 20 min, po czym przesączyć przez sączek. Do przesączu dodać 2 krople błękitu bromofenolowego.

Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli badany roztwór zabarwi się na kolor niebieskofioletowy.

#### 5.2.4. Oznaczanie zawartości żelaza

##### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- b) Woda destylowana wolna od CO<sub>2</sub> przygotowana wg PN/C-06501 p. 31.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g sproszkowanego p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,0002 g, wsypać do kolby stożkowej pojemności 300 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 40 ml wody destylowanej zakwaszonej 10 ml kwasu solnego, wstrząsać w ciągu 20 min, a następnie sączyć przez sączonek nie zawierający żelaza wprost do cylindra Nesslera. Osad przemyć 20 ml wody destylowanej; przesącz dodać do pierwszego przesączu. Dalszy tok postępowania - wg PN-54/C-04521 p. 2.4 sposób A, z tym, że do próbki badanej nie dodawać już kwasu solnego.

5.2.5. Oznaczanie składników nierozpuszczalnych w benzenie. Odważyć 100 g p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,2 g, wsypać do kolby stożkowej pojemności 500 ml i dodać 150 ml benzenu cz. Zawartość kolby ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej o temperaturze około 50°C do całkowitego rozpuszczenia, sączyć przez tygiel 3G lub gęsty sączonek wysuszony w temperaturze 105°C do stałej masy. Pozostałość przemyć kilkakrotnie benzenem i suszyć do stałej masy w temperaturze 105°C. Ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość składników nierozpuszczalnych w benzenie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

- $m$  - masa składników nierozpuszczalnych w benzenie, g,
- $m_1$  - odważka badanego produktu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,001 wartości bezwzględnej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-67/6191-81

Niniejsza norma zastępuje ZN-60/MPCh/Sch-130.