

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-88
	Odczynniki	6193-94
	1,2-dwuchloroetan	Zamiast BN-69/6191-78
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest 1,2-dwuchloroetan stosowany jako odczynnik chemiczny. Jest substancją łatwopalną, szkodliwą dla zdrowia.

1,2-dwuchloroetan ma:

- a) wzór chemiczny:  $C_2H_4Cl_2$ ,  
 b) wzór budowy:  $ClCH_2CH_2Cl$ ,  
 c) masę molową: 98,97,  
 d) inne nazwy: chlorek etylenu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Norma ustala dwa gatunki 1,2-dwuchloroetanu, oznaczone:

- cz.d.a. - czysty do analizy,  
 cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia 1,2-dwuchloroetanu czystego do analizy:

1,2-DWUCHLOROETAN cz.d.a. BN-88/6193-94

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 1,2-Dwuchloroetan powinien być cieczą bezbarwną, przezroczystą, o zapachu chloroformu nie mieszającą się z wodą.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. 1,2-Dwuchloroetan należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi <sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

Tablica 1

Wymagania	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość 1,2-dwuchloroetanu, % (m/m), nie mniej niż	99,5	99,0
b) Zawartość wody, % (m/m), nie więcej niż	0,06	0,06
c) Gęstość $d_{4}^{20}$ , g/ml, w granicach	1,2520 ÷ 1,2535	1,2510 ÷ 1,2540
d) Pozostałość nielotna, % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,005
e) Wolnych kwasów w przeliczeniu na HCl, %, (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Substancji organicznych zwęglających się kwasem siarkowym	wg p. 5.3.6	nie normalizuje się

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią butelki ze szkła oranżowego wg BN-79/6831-13, z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową.

Wielkość opakowania: 0,1, 0,25, 0,5, i 1 l.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza 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 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 3 i odmiany 1.

Zgłoszona przez PPH Polskie Odczynniki Chemiczne  
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1988 r.  
 jako norma obowiązująca od dnia 1 sierpnia 1989 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 3/1989, poz. 6)

Opakowanie transportowe powinno odpowiadać warunkom przepisów transportowych o przewozie materiałów niebezpiecznych. W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając:

- a) znak niebezpieczeństwa dla materiałów ciekłych zgodnie z przepisem RID/ADR nalepka nr 3,
- b) napis "Ostrożnie środek szkodliwy" - substancja należy do wykazu "B" M.Z. i Op.S.<sup>1)</sup>.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

a) znaki niebezpieczeństwa dla substancji niebezpiecznych zgodnie z przepisami transportowymi o przewozie materiałów niebezpiecznych nalepką wg wzoru nr 3 "Materiał ciekły zapalny" oraz wg wzoru nr 6.1A "Materiały szkodliwe dla zdrowia" wg RID/ADR,

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252, p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.10.

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 tworzyła wraz z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową.

4.4. Przechowywanie. 1,2-Dwuchloroetan należy przechowywać w magazynie krytym dobrze wentylowanym, suchym o zawartości wilgoci poniżej 50%.

Liczba warstw składowania - 3 warstwy.

Okres gwarancji - 2 lata.

4.5. Transport. 1,2-Dwuchloroetan jest materiałem niebezpiecznym kl. 3, m. 301 p. 16 b wg RID i kl. 3, l.m.2301 p. 16b wg ADR. Opakowany wg 4.2 należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi dla materiałów niebezpiecznych<sup>1)</sup>.

Liczba warstw ładowania - 4 warstwy.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości 1,2-Dwuchloroetanu (3.2.a),
- c) oznaczanie zawartości wody (3.2b),
- d) oznaczanie gęstości (3.2c),

- e) oznaczanie pozostałości nietlotnej (3.2d),
- f) oznaczanie wolnych kwasów (3.2e),
- g) oznaczanie organicznych substancji zwęglających się kwasem siarkowym (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić co najmniej 600 ml.

### 5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych należy wykonać wizualnie.

#### 5.3.3. Oznaczanie zawartości 1,2-Dwuchloroetanu.

5.3.3.1. Zasada metody polega na chromatograficznym rozdziale 1,2-dwuchloroetanu od zanieczyszczeń i chlorku metylenu stosowanego w analizie ilościowej jako wzorzec wewnętrzny.

#### 5.3.3.2. Aparatura i materiały pomocnicze

- a) Chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny,
- b) Kolumna chromatograficzna długości 3 m średnicy wewnętrznej 4 mm wypełniona chromosorbem WAW o średnicy ziarna 0,18 ± 0,25 mm (60/80 mesh) pokrytym 10% fosforanem trójkretylu.

Kolumnę nowonapełnioną należy wygrzać w temperaturze 200°C przy przepływie azotu 30 ml/min.

Graniczna temperatura stosowania 250°C.

- c) Mikrostrzykawka pojemności 1 µl.
- d) Strzykawka pojemności 2 ml.
- e) Planimetr biegunowy, lupka lub integrator.

#### 5.3.3.3. Odczynniki

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

b) Chlorek metylenu cz.d.a. o czystości powyżej 99,5% (m/m).

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

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

5.3.3.4. Wykonanie oznaczenia. Wyregulować chromatograf:

- a) przepływ azotu 40 ml/min,
- b) przepływ wodoru 40 ml/min lub wg instrukcji aparatu,
- c) przepływ powietrza 15-krotnie wyższy od przepływu wodoru,
- d) temperatura kolumny 60°C,
- e) temperatura detektora 125°C,
- f) temperatura dozownika 80°C.

<sup>1)</sup> Patrz: Informacje dodatkowe.

Poczekać na ustabilizowanie się linii zerowej detektora. Za pomocą mikrostrzykawki wprowadzić do kolumny chromatograficznej 1  $\mu$ l badanego 1,2-dwuchloroetanu i zarejestrować chromatogram I, dobierając czułość rejestratora tak, by piki wszystkich zanieczyszczeń zapisane były przy maksymalnej czułości; przy której mieszczą się na skali papieru rejestracyjnego, a pik 1,2-dwuchloroetanu przy tak zmniejszonej czułości, by również mieścił się na skali papieru rejestracyjnego. Obliczyć czasy retencji zanieczyszczeń względem 1,2-dwuchloroetanu. Na chromatogramie nie powinien występować pik wzorca wewnętrznego chlorku metylenu, tj. pik o względnym czasie retencji wynoszącym 0,36. W przypadku obecności pików o tym czasie retencji, przeprowadzić analizę ilościową metodą dodatku składnika oznaczonego wg PN-79/C-04960 załącznik 2 p.6. Następnie odważyć w dowolnym szczelnie zamkniętym naczyniu pojemności 25 ml około 20 g (z dokładnością do 0,0002 g) 1,2-dwuchloroetanu, dodać strzykawką około 0,05 g (z dokładnością do 0,0002 g) chlorku metylenu i ponownie zważyć. 1  $\mu$ l otrzymanej mieszanki wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki do kolumny chromatograficznej i zarejestrować chromatogram II przy maksymalnej czułości, przy której piki wszystkich zanieczyszczeń oraz wzorca wewnętrznego mieszczą się na skali papieru rejestracyjnego. Za pomocą planimetru, lupki lub integratora zmierzyć powierzchnie pól pików poszczególnych zanieczyszczeń oraz powierzchnię pików chlorku metylenu na chromatogramie II.

#### 5.3.3.5. Obliczanie wyników

Zawartość 1,2-dwuchloroetanu ( $X_1$ ) obliczyć w  $\%$ (m/m) wg wzoru

$$X_1 = 100 \left( 1 - \frac{G_w \cdot A_i}{G_p \cdot A_w} \right) - X_2 \quad (1)$$

w którym:

$G_w$  - masa chlorku metylenu wprowadzona do badanej próbki, g,

$G_p$  - masa badanego 1,2-dwuchloroetanu, g,

$A_i$  - powierzchnia pików zanieczyszczeń,

$A_w$  - powierzchnia pików wzorca wewnętrznego, chlorku metylenu,

$X_2$  - zawartość wody w 1,2-dwuchloroetanie oznaczona wg 5.3.4, %.

5.3.3.6. Wynik oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech równoległych oznaczeń.

5.3.4. Oznaczanie zawartości wody. Oznaczenie wykonać wg PN-71/C-04959, pobierając do analizy 20 ml 1,2-

-dwuchloroetanu i stosując jako rozpuszczalnik odwodniony metanol.

5.3.5. Oznaczanie gęstości wykonać wg PN-81/C-04504 p. 2.2. stosując piknometr pojemności 25 ml.

5.3.6. Oznaczanie pozostałości nielotnej wykonać wg PN-78/C-04957 p. 2.2, pobierając do analizy 50 ml badanego 1,2-dwuchloroetanu.

5.3.7. Oznaczanie wolnych kwasów (w przeliczeniu na HCl)

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień metylowa 0,1% (m/V), roztwór alkoholowy wg PN-81/C-06501 p. 2.2.1.

b) Sodowy wodorotlenek roztwór o  $c(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ mol/l}$ .

c) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana wg PN-81/C-06500 p. 2.2.72.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 100,0 ml badanego 1,2-dwuchloroetanu umieścić w rozdzielaczu pojemności 250 ml, dodać 50 ml wody i wytrząsać zawartość rozdzielacza w ciągu 1 min. Po rozdzieleniu się warstw, warstwę wodną oddzielić, dodać 1 ÷ 3 kropel roztworu czerwieni metylowej i miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia na żółte.

Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na HCl ( $X_2$ ) obliczyć w  $\%$ (m/m) wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00073 \cdot 100}{100,0 \cdot e} \quad (2)$$

w którym:

$V$  - objętość roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ mol/l}$  zużytego do miareczkowania, ml,

$e$  - gęstość 1,2-dwuchloroetanu, g/ml,

0,00073 - ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego w  $c(\text{NaOH}) = 0,0200 \text{ mol/l}$ .

5.3.8. Oznaczanie substancji organicznych zwęglających się kwasem siarkowym. Do dwu probówek z bezbarwnego szkła uprzednio przemytych kwasem siarkowym  $d = 1,84 \text{ g/ml}$  wlać po 5 ml kwasu siarkowego  $d = 1,84 \text{ g/ml}$  i do jednej probówki dodać 5 ml badanego 1,2-dwuchloroetanu i wytrząsnąć. Badany 1,2-dwuchloroetan odpowiada wymaganiom normy jako cz.d.a., jeżeli zabarwienie kwasu siarkowego w probówce z badaną próbką nie będzie się różnić od zabarwienia kwasu siarkowego w probówce służącej do porównania.

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6191-78

a) wprowadzono oznaczanie zawartości procentowej podstawowego składnika metodą chromatografii gazowej, eliminując oznaczanie destylacji w temperaturze wrzenia,

b) wprowadzono oznaczanie zawartości wody,

c) wprowadzono oznaczanie wolnych kwasów (j. HCl), eliminując oznaczanie wolnego chloru i chloru całkowitego.

3. Norma i dokumenty związane

PN-31/C-04504 Oznaczanie gęstości produktów chemicznych ciekłych  
 PN-78/C-04957 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości nie-  
 lotnej  
 PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Ka-  
 rola Fischera w produktach organicznych i nieorganicz-  
 nych  
 PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roz-  
 tworów wskaźników  
 PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste.  
 Pakowanie, przechowywanie i transport  
 PN-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek  
 i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej  
 PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony  
 PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny  
 PN-74/C-84913 Powietrze sprężone  
 PN-31/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe  
 czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 EUR  
 PN-78/C-79021 Opakowania. System wymiarowy  
 PN-86/C-79100 Opakowania transportowe. Odporność na  
 narażenia mechaniczne. Wymagania i badania  
 PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością.  
 Znaki i znakowania. Wymagania podstawowe  
 BN-79/6831-13 Opakowania jednostkowe. Butelki typu POCh  
 do odczynników chemicznych  
 BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy  
 do odczynników chemicznych  
 PN-79/C-04960 Analiza chemiczna. Chromatografia gazo-  
 wa. Wytyczne ogólne opisu metody  
 Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz.  
 U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabez-  
 pieczaniu 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 przy-  
 czep (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

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 Wewnętrz-  
 nych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i  
 kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecz-  
 nych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z póź-  
 nniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towa-  
 rów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o  
 międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF)  
 (Dz.TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszy-  
 mi zmianami

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 październi-  
 ka 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych  
 wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych wa-  
 runków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczo-  
 nych do przewozu. (Dz.U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. o substancjach trujących  
 (Dz.U. nr 22, poz. 116 z 1963 r.)

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z  
 dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i  
 środków szkodliwych (Dz.U. nr 2, poz. 9 z 1964 r. i  
 Dz.U. nr 40, poz. 252 z 1965 r.) wraz z późniejszymi  
 zmianami

4. Symbol wg SWW

cz.d.a. - 1331-11,

cz. - 1331-42.

5. Autorzy projektu normy - mgr inż. Ewa Kotowicz,

inż. Jadwiga Mateusiak - PPH Polskie Odczynniki Chemi-  
 czne.