

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Odczynniki organiczne Chlorobenzen	6193-13
		Zamiast BN-69/6193-13
		Grupa katalogowa 1052

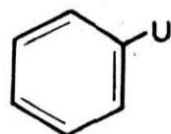
1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorobenzen stosowany jako odczynnik chemiczny. Jest substancją łatwo palną, szkodliwą dla zdrowia.

Chlorobenzen ma:

a) wzór sumaryczny C_6H_5Cl

b) wzór budowy



c) masę molową 112,56 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1 Gatunki. W normie ustala się dwa gatunki chlorobenzenu, oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy.

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia chlorobenzenu czystego do analizy:

CHLOROBENZEN cz.d.a. BN-87/6193-13

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorobenzen powinien być cieczą bezbarwną i przezroczystą, bez zawiesin, o swoistym zapachu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.	cz.d.a.
a) Zawartość chlorobenzenu, $\%(m/m)$, nie mniej niż	99	99,5
b) Gęstość ρ_4^{20} , g/ml	1,106 ÷ 1,108	1,106 ÷ 1,108
c) Współczynnik załamania światła w temperaturze 20°C	1,5240 ÷ 1,5250	1,5240 ÷ 1,5250
d) Odczyn wyciągu wodnego	obojętny wg 5.3.5	obojętny wg 5.3.5
e) Pozostałość po odparowaniu, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,003
f) Zawartość wody, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,04	0,03

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Chlorobenzen należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

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: 0,5, 1,2 i 5 l.

W uzgodnieniu z odbiorcą 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-78/O-79021.

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią:

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

b) balony szklane wg PN-83/O-79710, zamykane korkiem i owiązane folią, umieszczone w koszach metalowych wyłożonych watą szklaną.

Wielkość opakowania: 40 l.

Opakowanie transportowe powinno odpowiadać warunkom wg 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 opakowania i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001, umieszczając: znak niebezpieczeństwa dla materiałów ciekłych wg przepisu RID/ADR, nalepka nr 3 oraz napis: „Ostrożnie środek szkodliwy“ — substancja należy do wykazu B MZiOS.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 października 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1988, poz. 2)

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

a) znaki niebezpieczeństwa dla substancji niebezpiecznych, zgodnie z przepisami transportowymi o przewozie materiałów niebezpiecznych, nalepkę wg wzoru nr 3, „Materiał ciekły zapalny“ wg RID/ADR;

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

c) liczbę warstw ładowania — dla skrzynek drewnianych wg PN-85/O-79252 — 4 warstwy;

d) liczbę warstw składowania dla skrzynek drewnianych wg PN-85/O-79252 — 3 warstwy.

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 i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Chlorobenzen należy przechowywać w magazynach krytych, suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%, dobrze wentylowanych.

Okres gwarancji — 2 lata.

Liczba warstw składowania: 3 warstwy.

4.5. Transport. Chlorobenzen, materiał niebezpieczny klasy 3 p. 31c wg RID/ADR 1m 2300 ADR 1m 300 RID, opakowany wg 4.2, należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi dla materiałów niebezpiecznych w transporcie kolejowym i drogowym.

Liczba warstw ładowania: 4 warstwy.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości chlorobenzenu (3.2a),
- oznaczanie gęstości (3.2b),
- oznaczanie współczynnika załamania światła (3.2c),
- oznaczanie odczynu wyciągu wodnego (3.2d),
- oznaczanie pozostałości po odparowaniu (3.2e),
- oznaczanie zawartości wody (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić co najmniej 1500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych przeprowadza się wizualnie.

5.3.2. Oznaczanie zawartości chlorobenzenu

5.3.2.1. Zasada metody polega na chromatograficznym rozdzieleniu chlorobenzenu od zanieczyszczeń i etylobenzenu zastosowanego w analizie ilościowej jako wzorca wewnętrznego.

5.3.2.2. 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%(m/m) Carbowaxu 20 M. Kolumnę świeżo napełnioną należy wygrzać w temperaturze 250°C przez 24 h, przy przepływie azotu 50 ÷ 70 ml/min. Graniczna temperatura stosowania 225°C.

c) Mikrostrzykawka pojemności 1 µl.

d) Planimetr biegunowy, lupka lub integrator.

5.3.2.3. Odczynniki

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

b) Etylobenzen cz.d.a., o czystości powyżej 99,5%.

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

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

5.3.2.4. Wykonanie oznaczania

Uregulować:

a) przepływ azotu 40 ml/min,

b) przepływ wodoru 40 ÷ 50 ml/min lub wg instrukcji aparatu,

c) przepływ powietrza na 15-krotnie wyższy od przepływu wodoru,

d) temperaturę kolumny na 90°C,

e) temperaturę detektora na 125°C,

f) temperaturę dozownika na 130°C.

Począć na ustabilizowanie się linii zerowej detektora.

Za pomocą mikrostrzykawki wprowadzić do kolumny chromatograficznej 1 µl badanego chlorobenzenu i zarejestrować chromatogram I dobierając czułość rejestratora tak, aby piki wszystkich zanieczyszczeń były zapisane przy maksymalnej czułości, przy której mieszczą się na skali papieru rejestracyjnego, a pik chlorobenzenu przy tak zmniejszonej czułości, aby również mieścił się na skali papieru rejestracyjnego. Obliczyć czasy retencji zanieczyszczeń względem chlorobenzenu. Na chromatogramie nie powinien występować pik wzorca wewnętrznego etylobenzenu, tj. pik o względnym czasie retencji wynoszącym 0,63. W przypadku obecności pików w tym czasie retencji przeprowadzić analizę ilościową metody dodatku składnika oznaczonego wg PN-79/C-04960 załącznik 2 p. 5.

Następnie odważyć w dowolnym, szczelnie zamkniętym naczyniu pojemności 25 ml, około 20 g z dokładnością do 0,0002 g chlorobenzenu, dodać strzykawką około 0,05 g z dokładnością do 0,0002 g etylobenzenu i ponownie zważyć.

1 µl otrzymanej mieszanki wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki do kolumny chromatograficznej i zarejestrować chromatogram II przy maksymalnej czułości, aby piki wszystkich zanieczyszczeń oraz wzorca wewnętrznego mieściły się na skali papieru rejestracyjnego.

Zmierzyć za pomocą planimetru, lupki lub integratora powierzchnie pól pików poszczególnych zanieczyszczeń oraz powierzchnię pików etylobenzenu na chromatogramie II.

5.3.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość chlorobenzenu (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 etylobenzenu wprowadzona do badanej próbki, g,

G_p — masa badanego chlorobenzenu, g,

A_i — suma powierzchni pików zanieczyszczeń,

A_w — powierzchnia pików wzorca wewnętrznego etylobenzenu,

X_2 — zawartość wody w chlorobenzenu oznaczona wg 5.3.7, g.

5.3.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń.

5.3.3. Oznaczanie gęstości (ρ) należy wykonać wg PN-81/C-04504 areometrem o zakresie pomiarowym 1,00 ÷ 1,150 i działce elementarnej 0,001, w temperaturze 20°C lub piknometrem.

5.3.4. Oznaczanie współczynnika załamania światła należy wykonać w temperaturze 20°C refraktometrem wg instrukcji obsługi przyrządu wg PN-81/C-04952.

5.3.5. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Błękit bromotymolowy, roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.3.

b) Kwas solny cz.d.a. o $c(\text{HCl}) = 0,01$ mol/l.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. o $c(\text{NaOH}) = 0,01$ mol/l.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Używany sprzęt laboratoryjny powinien być uprzednio dokładnie wmyty.

Do rozdzielacza pojemności 250 ml należy odmierzyć 50 ml badanego chlorobenzenu, dodać 50 ml wody destylowanej świeżo przygotowanej i zubożonej w zależności od odczynu roztworem kwasu solnego lub roztworem wodorotlenku sodowego wobec 0,1 ml roztworu błękitu bromotymolowego.

Następnie dobrze wstrząsać w ciągu 3 min i odstawić do rozwarstwienia się. Po rozdzieleniu się warstw odrzucić dolną warstwę (chlorobenzenową), a z górnej odmierzyć 20 ml wyciągu wodnego do wysokiej zlewki pojemności 50 ml. Zawartość zlewki oglądać na białym tle z boku.

Badany chlorobenzen odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wyciąg wodny ma zabarwienie seledynowo-zielone.

5.3.6. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu. Do parownicy wykonanej z kwarcu lub szkła borowo-krzemowego pojemności 100 ml, uprzednio wysuszonej do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, odmierzyć 100 ml badanego chlorobenzenu i odparować przy łagodnym wrzeniu do sucha na łożni piaskowej, pod wyciągiem. Następnie parownicę wraz z pozostałością suszyć w temperaturze $140 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Pozostałość po odparowaniu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{\rho \cdot 100} = \frac{m}{\rho} \quad (2)$$

w którym:

m — masa pozostałości po odparowaniu, g,

ρ — gęstość badanego chlorobenzenu oznaczona wg 5.3.3.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 30% niniejszego wyniku.

5.3.7. Oznaczanie zawartości wody. Oznaczanie wykonać wg PN-71/C-04959, pobierając do analizy 25 ml chlorobenzenu i stosując jako rozpuszczalnik odwodniony metanol.

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-69/6193-13

a) wprowadzono nowy gatunek — czysty do analizy,

b) wprowadzono chromatograficzną metodę oznaczania zawartości chlorobenzenu,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości wody,

d) zrezygnowano z oznaczania destylacji.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-04504 Oznaczanie gęstości (masy właściwej) produktów chemicznych ciekłych

PN-81/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych ciekłych

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

PN-79/C-04960 Analiza chemiczna. Chromatografia gazowa. Wytyczne ogólne opisu metody.

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. 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 Opakowania 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 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
- Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. Substancje trujące (Dz. U. nr 22 poz. 116)
- Rozporządzenie MZiOS z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie oznaczania substancji trujących (Dz. U. z 1964 r. nr 2 poz. 8)
- Rozporządzenie MZiOS zaliczające daną substancję do Wykazu A lub Wykazu B
- 4. Symbol wg SWW**
cz.d.a. — 1331-11,
cz. — 1331-42.
- 5. Autor projektu normy** — mgr inż. Ewa Kotowicz — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.