

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki Glikol etylenowy	6193-34
		Zamiast BN-72/6193-34
		Grupa katalogowa 1052

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest glikol etylenowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Glikol etylenowy ma:

- wzór sumaryczny:  $C_2H_6O_2$
- wzór strukturalny:  $HO-CH_2-CH_2-OH$
- masę molową: 62,068 g/mol
- inne nazwy: etandiol — 1,2

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** Norma ustala dwa gatunki glikolu etylenowego oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

**2.2. Przykład oznaczenia** glikolu etylenowego cz.d.a.:

GLIKOL ETYLENOWY cz.d.a. BN-88/6193-34

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Glikol etylenowy powinien być bezbarwną, oleistą cieczą, o słabym zapachu, mieszającą się w każdym stosunku z wodą i z alkoholem etylowym.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość glikolu etylenowego, $\%(m/m)$ , nie mniej niż	99	98,5
b) Gęstość $\rho_{40}^{20}$ , g/ml, w granicach	1,113 ÷ 1,115	1,111 ÷ 1,115
c) Odczyn		obojętny
d) Pozostałość po prażeniu, $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,005	0,01
e) Chlorków ( $Cl^-$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
g) Metali ciężkich (jako $Pb^{2+}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,0001	0,0005
i) Wody, $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,8	1,2

Zgłoszona przez PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 maja 1989 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Wytyczne ogólne.** Glikol etylenowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

##### 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. Masa netto: 500 ml, 1000 ml.

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. Znakowanie opakowań jednostkowych** należy wykonać wg PN-87/C-80001 umieszczając dodatkowo napis: „Ostrożnie. Środek szkodliwy”.

Glikol etylenowy zaliczany jest rozporządzeniem Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej do substancji szkodliwych. Wykaz B<sup>1)</sup>.

**4.2.3. Opakowania transportowe** stanowią:

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

Pojedyncze butelki w skrzyniach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w jednej warstwie.

b) Balony szklane pojemności 40 l wg PN-83/O-79710 zamykane korkiem i obwiązane folią, umieszczone w koszach metalowych wyłożonych watą drzewną.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

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

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, p. 2.4.3, p. 2.4.4,

b) liczbę warstw składowania — dla skrzynek drewnianych 3 warstwy,

c) liczbę warstw ładowania — dla skrzynek drewnianych 4 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 tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową i nie był wyższy niż 1,75 m.

**4.4. Przechowywanie.** Glikol etylenowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w krytych, suchych i dobrze wentylowanych magazynach. W przechowywaniu układać skrzynki w 3 warstwach, a balony w 1 warstwie.

Okres gwarancji — 2 lata.

**4.5. Transport.** Glikol etylenowy nie jest materiałem niebezpiecznym i nie podlega przepisom RID/ADR i może być transportowany zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi dla materiałów w transporcie kolejowym i drogowym<sup>1)</sup>.

Do środka transportowego układać skrzynki w czterech, a balony w jednej warstwie.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości glikolu etylenowego (3.2a),
- oznaczanie gęstości (3.2b),
- oznaczanie odczynu (3.2c),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości wody (3.2i).

**5.2. Pobieranie próbek.** próbki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej 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 glikolu etylenowego

**5.3.3.1. Zasada metody** polega na chromatograficznym rozdziale glikolu etylenowego od zanieczyszczeń i dodanego wzorca wewnętrznego oraz ilościowym oznaczaniu zawartości głównego składnika.

##### 5.3.3.2. Aparatura i materiały pomocnicze

a) Chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny,

b) Kolumna chromatograficzna o długości 4 m, średnicy wewnętrznej 4 mm, wypełniona chromosorbem WAW, o średnicy ziarna 0,18 ÷ 0,25 mm (60/80 mesh) i pokrytym 15% Carbowaxu 20 M. Kolumnę nowo napełnioną należy wygrzać w temperaturze 220°C w ciągu 48 h przy przepływie azotu 50 ÷ 70 ml/min. Graniczna temperatura stosowania 220°C.

c) Strzykawka pojemności 2 ml.

d) Mikrostrzykawka pojemności 1 µl.

e) Planimetr biegunowy, integrator lub lupka.

##### 5.3.3.3. Odczynniki

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

b) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

- c) 1,3-Propaniol o czystości powyżej 99,5%.  
 d) Wodór techniczny sprężony wg PN-61/C-84908.

#### 5.3.3.4. Wykonanie oznaczania. Uregulować:

- a) przepływ azotu jako gazu nośnego 40 ml/min,  
 b) przepływ wodoru w granicach 30 ÷ 40 ml/min lub wg instrukcji aparatu,  
 c) przepływ powietrza 10-krotnie większy niż przepływ wodoru,  
 d) temperaturę kolumny 180°C,  
 e) temperaturę dozownika 220°C,  
 f) temperaturę detektora 200°C.

Począć na ustabilizowanie się linii zerowej rejestratora. Wprowadzić do kolumny chromatograficznej 0,5 µl badanego glikolu etylenowego i zarejestrować chromatogram I dobierając czułość rejestratora tak, aby piki wszystkich zanieczyszczeń zapisane były przy maksymalnej czułości, przy której mieszczą się na skali papieru rejestracyjnego, a pik glikolu etylenowego przy tak zmniejszonej czułości, aby również mieścił się na skali papieru rejestracyjnego. Na chromatogramie nie powinien występować pik o czasie retencji wzorca wewnętrznego tj. pik o czasie retencji 4,0, liczony względem glikolu etylenowego. Następnie odważyć w dowolnym szczelnym naczyniu pojemności 25 ml około 20 g glikolu etylenowego z dokładnością do 0,0002 g, dodać strzykawką około 0,0500 g wzorca wewnętrznego, 1,3-propandiolu i ponownie zważyć.

0,5 µl otrzymanej mieszanki wprowadzić mikrostrzykawką do kolumny chromatograficznej i zarejestrować chromatogram II przy maksymalnej czułości, aby piki wszystkich zanieczyszczeń oraz wzorca wewnętrznego mieściły się na skali papieru rejestracyjnego. Zmierzyć powierzchnie pól pików za pomocą planimetru biegunowego, integratora lub lupki.

**5.3.3.5. Obliczanie wyników oznaczania.** Na podstawie otrzymanych wyników pomiarów pików zawartość glikolu etylenowego ( $X_1$ ) obliczyć w  $\%(m/m)$  wg wzoru

$$X_1 = 100 \left( 1 - \frac{G_w}{G_p} \cdot \frac{A_i}{A_w} \right) - X_3 \quad (1)$$

w którym:

- $G_w$  — masa wzorca wewnętrznego, g,  
 $G_p$  — masa próbki, g,  
 $A_i$  — suma powierzchni pików zanieczyszczeń,  
 $A_w$  — powierzchnia pików wzorca wewnętrznego,  
 $X_3$  — zawartość wody oznaczona w 5.3.11.

**5.3.3.6. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,25%.

**5.3.4. Oznaczanie gęstości** należy wykonać w temperaturze 20°C wg PN-85/C-04004 p. 2.3, piknometrem.

**5.3.5. Oznaczanie odczynu.** 10 ml badanego glikolu etylenowego rozcieńczyć równą objętością wody. Papier wskaźnikowy o zakresie pH 6,2 ÷ 8,2 zanurzony w roztworze nie powinien zmienić barwy.

**5.3.6. Oznaczanie pozostałości po prażeniu** 60,0 g badanego glikolu etylenowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, wprowadzić porcjami do parownicy

kwarcowej lub porcelanowej pojemności 50 ÷ 70 ml uprzednio wyprażonej w temperaturze 800°C do stałej masy i odważonej z dokładnością do 0,0002 g i wykonać oznaczanie wg PN-78/C-04958.

Zawartość pozostałości po prażeniu ( $X_2$ ) obliczyć w  $\%(m/m)$  wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

- $a$  — masa wyprażonej pozostałości, g,  
 $m_1$  — masa badanego glikolu etylenowego, g.

#### 5.3.7. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

**5.3.7.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 5 g badanego glikolu etylenowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody. Wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2. Badany glikol etylenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 15 min nie będzie intensywniejsza niż opalizacja w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika:

- cz.d.a. — 0,025 mg  $\text{Cl}^-$ ,  
 cz. — 0,05 mg  $\text{Cl}^-$ .

#### 5.3.8. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2+}$ )

**5.3.8.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 5 g badanego glikolu etylenowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany glikol etylenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 15 min nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika:

- cz.d.a. — 0,1 mg  $\text{SO}_4$ .

#### 5.3.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )

**5.3.9.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-80/C-04515 p. 2.3.2.

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** 10 g badanego glikolu etylenowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany glikol etylenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika:

- cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,  
 cz. — 0,1 mg  $\text{Pb}^{2+}$ .

#### 5.3.10. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

**5.3.10.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04521/03 p. 4.

- Kwas azotowy cz.d.a. o  $\rho = 1,4$  g/ml.

