

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Trójchloroetylen	6193-64
		Zamiast BN-65.6191-32
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest trójchloroetylen stabilizowany stosowany jako odczynnik chemiczny.

Trójchloroetylen ma:

- a) wzór sumaryczny C_2HCl_3
- b) wzór budowy
- $$\begin{array}{c} H - C - C - Cl \\ | \quad | \\ Cl \quad Cl \end{array}$$
- c) masę cząsteczkową 131,399 (1965 r.),
- d) inną nazwę Tri.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki trójchloroetyleny odczynnika oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia trójchloroetyleny czystego do analizy:

TRÓJCHLOROETYLEN cz.d.a. BN-75/6193-64

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	ciecz bezbarwna, przezroczysta, bez zanieczyszczeń mechanicznych	
b) Gęstość ρ_4^{20} , g/cm ³	1,461÷1,466	1,464÷1,467
c) Destylacja:		
- początek wrzenia, °C, nie niżej	86,0	85,8
- w przedziale 86,2 - 87,2°C destyluje, %, co najmniej	97	96
- koniec wrzenia, °C, nie wyżej niż	87,8	87,8
d) Pozostałości po odparowaniu, %, najwyżej	0,0007	0,0009
e) pH, wyciągu wodnego	7÷9,5	7÷9,5
f) Wolnego chloru	wg 5.2.6	
g) Fosgeny	wg 5.2.7	
h) Stabilność wyrażona kwasowością w przeliczeniu na HCL, %, najwyżej	0,003	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Trójchloroetylen należy pakować w butelki ze szkła oranżowego wg BN-65/6831-13 pojemności 500, 1000 i 2500 cm³ oraz w balony wg PN-62/G-79090 ze szkła oranżowego lub pomalowane na czarno, pojemności 25 dm³ w koszach wg BN-72/7167-04 z kapturami wg BN-72/7167-05.

Butelki należy zamykać korkami z drewna korkowego owiniętymi w tomofoan i zabezpieczać nakrętkami z tworzywa sztucznego.

Balony szklane należy zamykać korkami z drewna korkowego owiniętymi w tomofoan. Zamknięcia powinny być szczelne.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania pod warunkiem, że zabezpieczy ono produkt w stopniu co najmniej równym jak wyżej wymienione opakowania i będzie miało wymiary zgodne z systemem wymiarowym wg PN-64/0-79021.

Opakowania należy oznakować wg PN-70/C-80001 p.4.

Na etykietkach butelek i balonów należy umieścić żółty pasek z napisem Trucizna i rysunkiem trupiej czaszki oraz oznaczenie klasy niebezpieczeństwa towaru IV a.

Butelki z trójchloroetylenem należy pakować do opakowań transportowych w sposób wg PN-70/C-80001 p. 3.3.6. Na opakowaniach transportowych należy umieścić co najmniej następujące oznakowanie:

- a) oznaczenie wg 2.2,
b) znak niebezpieczeństwa dla materiałów trujących wg PN-67/0-79252 p. 2.3.5.
c) znaki manipulacyjne wg PN-67/0-79252 p.2.4.1 i 2.4.3.

4.2. Przechowywanie. Trójchloroetylen należy przechowywać wg PN-70/C-80001 p. 5 z uwzględnieniem uwagi o odczynnikach trujących. Okres gwarancji trójchloroetyleny wynosi 12 miesięcy od daty produkcji.

4.3. Transport. Trójchloroetylen należy transportować zgodnie z PN-70/C-80001 p. 6.

Balony szklane w koszach należy zabezpieczać w środkach transportowych wg PN-70/C-80001 p. 3.3.5.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek dla obu gatunków należy stosować postanowienia wg PN-70/C-80047.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
dnia 27 lutego 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

Średnia próbka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 2 dm³. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 8 tygodni.

5.2. Opis badań

5.2.1. Sprawdzanie wyglądu. Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy 20 mm wlać tyle badanego trójchloroetyleny, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm. Próbkę należy oglądać w świetle przechodzącym.

5.2.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać wg PN-66/C-04004 areometrem lub termoareometrem o zakresie pomiarowym 1,450 ÷ 1,500 i działce elementarnej 0,001, w temperaturze 20°C.

5.2.3. Oznaczanie destylacji - wg PN-69/C-04512.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu. Do parownicy kwarcowej lub ze szkła borokrzemianowego pojemności 100 cm³, uprzednio wysuszonej do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, odmierzyć 100 cm³ badanego trójchloroetyleny i odparować do sucha na łaźni wodnej pod wyciągiem. Następnie parownicę wraz z pozostałością suszyć w temperaturze 105 ± 2°C do stałej masy.

Pozostałość po odparowaniu (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{\rho_{20} \cdot 100} = \frac{m}{\rho_{20}} \quad (1)$$

w którym:

- m - masa pozostałości po odparowaniu, g,
 ρ_{20} - gęstość badanego trójchloroetyleny oznaczona wg 5.2.2, g/cm³.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 20% ich średniej arytmetycznej.

5.2.5. Oznaczanie pH wyciągu wodnego wykonać za pomocą pehametru. Do rozdzielacza pojemności 150 cm³ należy odmierzyć 20 cm³ badanego trójchloroetyleny i 60 cm³ świeżo wygotowanej i ostudzonej wody destylowanej, wytrząsać przez 5 min, po czym odstawić do rozwarstwienia się.

Po oddzieleniu się warstw, dolną warstwę trójchloroetyleny odpuścić i zmierzyć pH wyciągu wodnego.

5.2.6. Sprawdzenie nieobecności wolnego chloru

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,18),
 b) o-Tolidyna (C₆H₃ · CH₃NH₂)₂ cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy w kwasie solnym wg a). 1 g o-tolidyny utrzymać dokładnie w moździerzu porcelanowym z kilkoma cm³ kwasu solnego pobranymi ze 100 cm³ uprzednio odmierzonego kwasu solnego. Po roztarciu spłukać zawartość moździerza resztą kwasu solnego do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³. Odstawić na pół godziny i od czasu do czasu wymieszać. Po rozpuszczeniu dopełnić kolbę wodą desty-

lowaną do kreski. Roztwór powinien być klarowny i bezbarwny. Roztwór należy przechowywać w butelce ze szkła oranżowego. Może on być używany do oznaczeń dopóty, dopóki nie wystąpi zmętnienie.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Do cylindra z doszlifowanym korkiem pojemności 50 cm³ wlać 25 cm³ badanego trójchloroetyleny oraz 0,5 cm³ roztworu o-tolidyny i wstrząsać przez 30 s.

Badana próbka nie powinna się zabarwić na kolor żółty.

5.2.7. Sprawdzanie nieobecności fosgeny. Do dwóch suchych cylindrów z doszlifowanym korkiem pojemności 25 cm³ wlać po 10 cm³ badanego trójchloroetyleny, do jednego z nich dodać kilka kryształków benzydyny cz.d.a. i pozostawić na okres jednej doby w ciemnym miejscu. Po tym czasie wygląd próbki z benzydynam powinien być taki sam, jak próbki wzorcowej.

5.2.8. Oznaczanie stabilności wyrażonej kwasowością w przeliczeniu na HCl

5.2.8.1. Aparatura - wg rysunku. W skład aparatury wchodzi:

a) Butla z tlenem 1 i zaworem redukcyjnym (tlenowym).

b) Chłodnica zwrotna 7 o długości całkowitej 700 mm, połączona z kolbą na szlif.

c) Cylinder z blachy stalowej nierdzewnej polewanej, grubości 1 mm, średnicy 100 mm i wysokości 190 mm z czterema otworami o wymiarach 19 × 38 mm 11.

d) Dwie płytki 12 ze stali atestowanej wg PN-69/H-92129, gat. 20, walcowanej na gorąco, trawionej i gładzonej, grubości 1,5 ± 0,1 mm, o wymiarach 13 × 50 mm i 6 × 20 mm; w większej płytce powinien być otwór do zawieszenia. Płytki należy przemyć rozpuszczalnikiem organicznym (trójchloroetylenem), oczyścić papierem lub tkaniną ścierną o wielkości ziarna 40+90 wg PN-71/M-59107, do otrzymania błyszczącej powierzchni metalicznej i ponownie przemyć rozpuszczalnikiem.

e) Kolba stożkowa 8 ze szlifem pojemności 500 cm³ wg PN-73/B-13005.

f) Licznik pęcherzyków tlenu 6 napełniony wodą.

g) Płuczka z wodą do nawilżania tlenu pojemności 250 cm³.

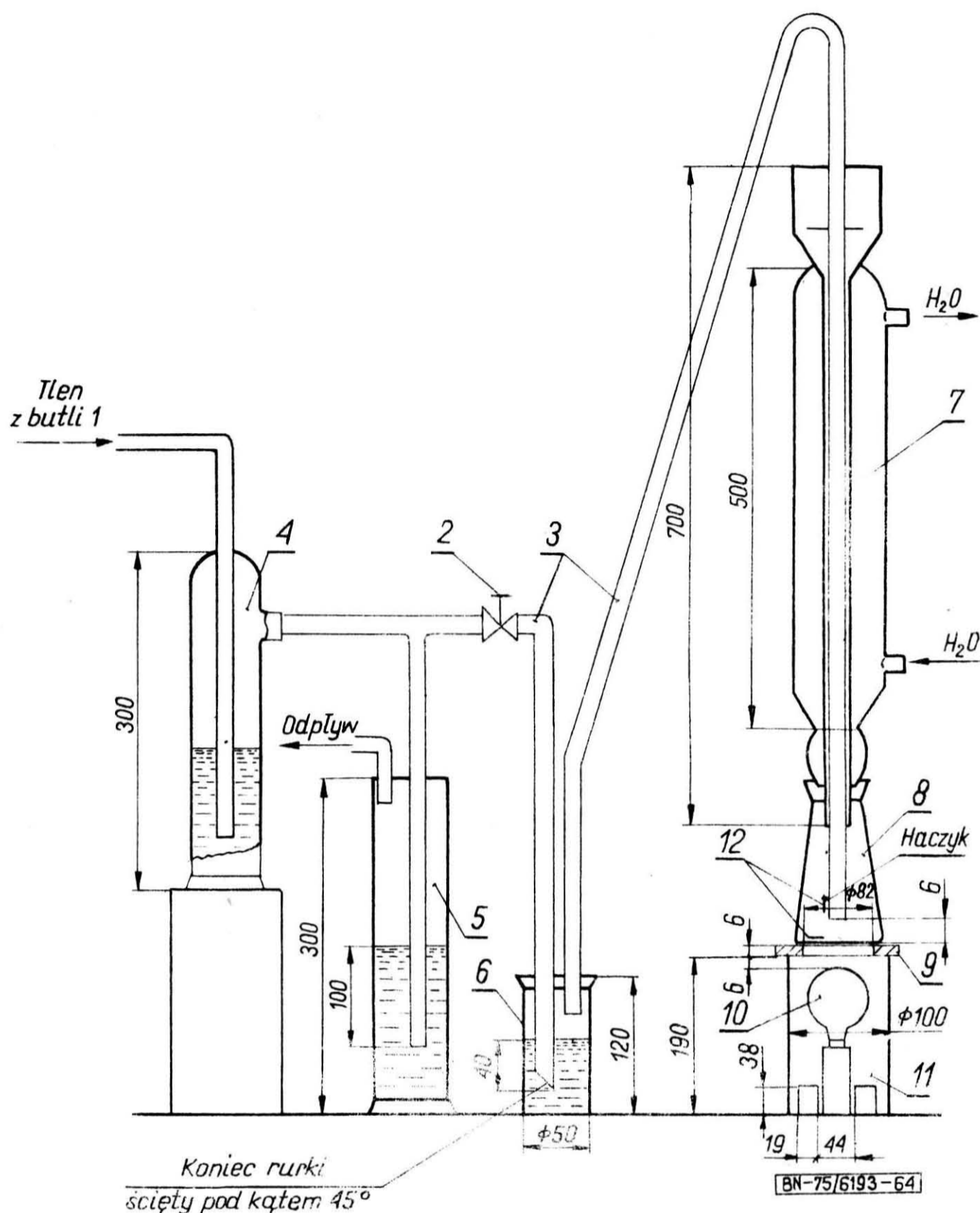
h) Płytki azbestowa 9 grubości 6 mm z otworem w środku, średnicy 82 mm.

i) Precyzyjny zawór redukcyjny 2.

j) Rurki szklane 3 o średnicy wewnętrznej 3 mm i zewnętrznej 8 mm.

k) Wyrównywacz ciśnienia tlenu 5, rurka powinna być zanurzona w wodzie do głębokości 100 mm. Zaleca się stosować automatyczny regulator przepływu tlenu.

l) Żarówka matowa 150 W 10.



5.2.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Błękit bromotymolowy, roztwór alkoholowy: rozpuścić 0,2 g błękitu bromotymolowego w $3,2 \text{ cm}^3$ 0,1 z roztworu wodorotlenku sodowego i następnie rozcieńczyć do 100 cm^3 96-procentowym alkoholem etylowym.

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

c) Woda destylowana zubożona - do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 odmierzyć 300 cm^3 wody destylowanej, dodać 6÷9 kropli roztworu błękitu bromotymolowego i zubożyć wodą w zależności od potrzeby 0,1n roztworem kwasu solnego lub 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego do uzyskania niebieskozielonego zabarwienia.

5.2.8.3. Wykonanie oznaczenia. Do kolby stożkowej 8 należy odmierzyć 200 cm^3 badanego trójchloroetyleny. W kolbie tej ponad cieczą zawiesić na rurce szklanej płytkę stalową o wymiarach $13 \times 50 \text{ mm}$, a na dnie kolby umieścić drugą płytkę stalową o wymiarach $6 \times 20 \text{ mm}$.

Do każdego oznaczenia użyć nowych płytek.

Rurkę 3 doprowadzającą tlen należy tak umieścić przy zestawieniu aparatury, aby jej koniec

znajdował się 6 mm ponad dnem kolby. Tlen przed wprowadzeniem do kolby należy nawilżyć przepuszczając go przez płuczkę 4 z wodą o temperaturze $20 \div 30^\circ \text{C}$. Szybkość przepływu tlenu przez licznik 6 powinna wynosić 10÷12 pęcherzyków na minutę. Następnie zestawić aparaturę wg rysunku. Przepływ wody chłodzącej przez chłodnicę 7 należy uregulować tak, aby pary trójchloroetyleny skraplały się w dolnej połowie chłodnicy. Włączyć przepływ tlenu oraz żarówkę 10, za pomocą której nasświetlać i ogrzewać badaną próbkę w ciągu 48 godzin. Po tym czasie wyłączyć żarówkę oraz dopływ tlenu i kolbę 8 wraz z zawartością schłodzić do temperatury otoczenia. Następnie z tej kolby odmierzyć 50 cm^3 trójchloroetyleny do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 cm^3 , dodać 100 cm^3 zubożonej wody destylowanej, dobrze wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec 2÷3 kropli roztworu błękitu bromotymolowego do uzyskania niebieskozielonego zabarwienia.

Stabilność trójchloroetyleny w atmosferze tlenu wyrażoną jako kwasowość w przeliczeniu na HCL (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00365 \cdot 100}{V_1 \cdot e^{\frac{20}{4}}} \quad (2)$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do zmiareczkowania, cm³,
 V₁ - objętość pobranej do zmiareczkowania próbki trójchloroetyleny, cm³,
 $e^{\frac{20}{4}}$ - gęstość badanego trójchloroetyleny oznaczona wg 5.2.2, g/cm³,

0,00365 - ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.8.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 20% ich średniej arytmetycznej.

5.3. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe wyrażające wymagania oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 (metoda Z).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-75/6193-64

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne OŚWIECIM w Oświęcimiu.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-32

- a) uzupełniono i zaktualizowano wymagania techniczne - wprowadzono dodatkowo oznaczanie wolnego chloru, - zamiast oznaczania odczynu wyciągu wodnego i zasadowości wprowadzono oznaczenie pH wyciągu wodnego,
 b) uzupełniono postanowienia odnośnie pakowania, przechowywania i transportu w oparciu o aktualnie obowiązującą normę PN-70/C-80001,
 c) uzupełniono znakowanie w oparciu o Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 31 stycznia 1973 r. w sprawie rozciągnięcia przepisów dotyczących trucizn na trójchloroetylen,
 d) uaktualizowano metody badań.

3. Normy związane

- PN-73/B-13005 Szklany sprzęt laboratoryjny. Kolby produkowane metodą hutniczą
 PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)
 PN-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia
 PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
 PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
 PN-62/G-79090 Balony szklane. Wymagania i badania techniczne
 PN-69/H-92129 Blacha cienka ze stali węglowej konstrukcyjnej wyższej jakości
 PN-71/M-59107 Wyroby ścierne. Ścierniwo. Klasyfikacja wielkości ziarna
 PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
 PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
 PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
 BN-65/6831-13 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Butelki typu POCH
 BN-72/7167-04 Opakowania transportowe. Kosze wiklinowe do balonów szklanych

BN-72/7167-05 Opakowania transportowe. Kaptury wiklinowe do balonów szklanych w koszach

4. Zawartość trójchloroetyleny oznaczona metodą chromatograficzną wynosi dla cz.d.a. - 99,5%, dla cz. - 99%.

5. Informacja o własnościach trójchloroetyleny i ratownictwie

Temperatura zapłonu trójchloroetyleny wynosi 410°C.

Pary trójchloroetyleny z powietrzem tworzą mieszaninę wybuchową przy stężeniu trójchloroetyleny 10,3 ÷ 64,5%.

Rozpuszczalność trójchloroetyleny w wodzie wynosi 0,11 g w 100 g sody.

Najwyższe dopuszczalne stężenie w powietrzu na stanowiskach pracy wynosi 0,05 mg/litr powietrza.

Pary trójchloroetyleny posiadają silne działanie narkotyczne.

Objawy zatrucia

W wysokich stężeniach - oszołomienie, nudności, wymioty, utrata przytomności, narkoza.

Przy zatruciach przewlekłych - bóle i zawroty głowy, nudności, wymioty i niekiedy drżenie rąk.

Ponadto trójchloroetylen powoduje miejscowe podrażnienie skóry, szczególnie błon śluzowych, głównie oczu.

Ratownictwo

W przypadku lekkiego zatrucia parami trójchloroetyleny należy poszkodowanego umieścić na świeżym powietrzu. Przy wystąpieniu u zatrutego ograniczeń w oddychaniu należy oddać do oddychania mieszaninę tlenu z powietrzem lub zastosować sztuczne oddychanie i natychmiast wezwać lekarza.

Zatrutym parami trójchloroetyleny nie wolno podawać żadnych preparatów z grupy adrenaliny i efedryny, ze względu na niebezpieczeństwo wywołania migotania komórki sercowych.

W przypadku polania trójchloroetylenem ubrania, należy poszkodowanego natychmiast zmienić odzież na świeżą. Polane części ciała splukać letnią wodą i natrzeć tłustym kremem lub wazeliną kosmetyczną.

W przypadku pożaru należy przeciwdziałać parowaniu trójchloroetyleny przez schładzanie opakowań dużą ilością wody.