

| | | |
|------------------------|---------------------------|-------------------------------------|
| PRODUKTY ORGANICZNE | NORMA BRANŻOWA | BN-72 |
| | <i>p</i> -Dwuchlorobenzen | 6026-58 |
| | | |
| | | Grupa katalogowa X 21 ¹⁾ |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest *p*-dwuchlorobenzen techniczny otrzymywany ubocznie podczas chlorowania benzenu. *p*-Dwuchlorobenzen ma:

- a) wzór ogólny $C_6H_4Cl_2$,
b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 146,93 (1966),
d) nazwę systematyczną 1,4-dwuchlorobenzen.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. *p*-Dwuchlorobenzen stosuje się do syntez chemicznych, jako środek molobójczy i do zwalczania szkodników roślin.

1.3. Normy związane

- PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera
PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych
PN-68/C-04521 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości żelaza
PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
PN/C-60040 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgiębniki do produktów sypkich i w kawałkach
PN-68/C-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe, otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

¹⁾Symbol wg SW: 1242-122.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od jakości rozróżnia się dwa gatunki *p*-dwuchlorobenzenu, które oznaczają się kolejnymi cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia *p*-dwuchlorobenzenu technicznego w gatunku I:

p-DWUCHLOROBENZEN TECHNICZNY I BN-72/6026-58
SWW 1242-122

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. *p*-Dwuchlorobenzen powinien mieć postać bezbarwnych kryształów o charakterystycznym zapachu, łatwo sublimujących i wykazujących tendencję do zbrylania się.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne podano w tabl. 1.

Tablica 1

| Wymagania | Gatunki | |
|--|-----------|----------|
| | I | II |
| a) Temperatura krzepnięcia, °C | 52,2+53,5 | 52,0+54 |
| b) Wody, %, najwyżej | 0,04 | 0,5 |
| c) Odczyn wyciągu wodnego | obojętny | wg 5.4.3 |
| d) Żelaza w przeliczeniu na Fe ³⁺ , %, najwyżej ¹⁾ | 0,002 | 0,05 |
| e) Składników nierozpuszczalnych w benzynie, %, najwyżej | 0,01 | 0,04 |

¹⁾Oznacza się na badanie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. *p*-Dwuchlorobenzen techniczny należy pakować do worków papierowych otwartych sztytych, czterowarstwowych z jedną wkładką powleczoną polietylenem, uszczelnionych taśmą denną wg PN-70/P-79005 o wymiarach wg PN-68/O-79027 (tabl. 4). Napełnione worki papierowe należy umieścić w workach polietylenowych wg BN-70/6414-06.

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia” dnia 4 grudnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 5/1973 poz. 12)

Dopuszcza się pakowanie *p*-dwuchlorobenzenu do beczek drewnianych wyłożonych papierem parafinowanym lub w inny rodzaj opakowania zabezpieczającego produkt w stopniu co najmniej równym jak podano.

Na opakowaniach należy umieścić napis wykonany zgodnie z PN-67/0-79252 zawierający co najmniej:

- nazwę zakładu produkującego,
 - oznaczenie wg 2.2,
 - masę brutto i netto,
 - napis ostrzegawczy "Ostrożnie - środek szkodliwy", wykonany czerwonymi literami na białym tle,
 - znak manipulacyjny wg PN-67/0-79252 p.2.4.4.
- Wielkość i rodzaj opakowania oraz napisy na opakowaniu produktu przeznaczonego na eksport należy wykonać zgodnie z poleceniem eksportera.

4.2. Przechowywanie. *p*-Dwuchlorobenzen należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i przewiewnych, z dala od grzejników. Należy ochronić przed nasłonecznieniem.

4.3. Transport. *p*-Dwuchlorobenzen techniczny należy przewozić krytymi środkami transportu. Opakowania należy układać warstwami ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportowego, a ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyciśniętym lub w inny sposób tak, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

Wystające części wnętrza środka transportowego, jak śruby, haki, gwoździe itp. należy usunąć lub zabezpieczyć tak, aby nie spowodowały uszkodzenia worka. Otwory okienne i drzwi należy zabezpieczyć przed przenikaniem opadów atmosferycznych do wnętrza środka transportowego. Podobnie należy zabezpieczyć (plandeką) samochód ciężarowy. Opakowania można układać w 6 + 8 warstwach. *p*-Dwuchlorobenzenu nie należy przewozić ze środkami żywnościowymi, ziołami leczniczymi i materiałami palnymi.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2 a),
- oznaczanie zawartości wody (3.2 b),
- oznaczanie odczynu wyciągu wodnego (3.2 c),
- oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+}) (3.2 d),
- oznaczanie składników nierozpuszczalnych w benzenu (3.2 e).

5.2. Wielkość i skład partii. Partię produktu stanowi najwyżej 500 opakowań jednostkowych.

5.3. Pobieranie próbek. Z partii produktu przedstawionej do badań, w zależności od liczności opakowań w partii, należy pobrać w sposób losowy na ślepo liczbę opakowań jednostkowych wg tabl.2.

Próbki pierwotne z opakowań jednostkowych należy pobierać zgłębnikiem 6-750 wg PN/C-60010 z całej grubości warstwy zgodnie z PN-67/C-04500. Ma-

sa próbki ogólnej powinna wynosić najmniej 1500g. Z próbki ogólnej po wymieszaniu należy sporządzić średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1000 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą należy przechować do analizy rozjemczej w ciągu 8 tygodni, a w przypadku eksportu w ciągu 6 miesięcy, licząc od daty wysyłki.

Tablica 2

| Liczba opakowań jednostkowych w partii | Liczba opakowań, którą należy pobrać do pobierania próbek |
|--|---|
| do 3 | wszystkie |
| 4+ 5 | 3 |
| 6+ 15 | 5 |
| 16+ 25 | 7 |
| 26+ 63 | 8 |
| 64+160 | 9 |
| 161+500 | 10 |

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać wg PN/C-04514 bez suszenia badanej próbki.

5.4.2. Oznaczanie zawartości wody. W kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ odważyć około 20 g *p*-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,0002 g, wlać około 40 cm³ bezwodnego metanolu cz., wstrząsać do rozpuszczenia, po czym dopełnić do kreski bezwodnym metanolem i dokładnie wymieszać. Z przygotowanego roztworu pobrać 10 cm³ roztworu i wykonać oznaczenie wg PN-65/C-04086 p. 2.6.2. Równocześnie wykonać ślepa próbę z bezwodnym metanolem.

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{T(V_1 - V_2) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_3 \cdot 1000} = \frac{T(V_1 - V_2) \cdot 10}{m \cdot V_3} \quad (1)$$

w którym:

T - miano odczynnika Fischera wg PN-65/C-04086 p. 2.5.8, mg/cm³,

V_1 - objętość odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania badanego *p*-dwuchlorobenzenu, cm³,

V_2 - objętość odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,

V_3 - objętość próbki badanej pobranej do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanego *p*-dwuchlorobenzenu g.

5.4.3. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory. Błękit bromofenolowy, roztwór przygotowany wg PN-68/C-06501 p. 2.2.2.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Kolbę stożkową z doszlifowanym korkiem pojemności 200 cm³ należy dokładnie wymyć, przepłukać wodą destylowaną zobojętnioną wobec błękitu bromofenolowego i wysu-

szyć. W tak przygotowanej kolbie odważyć 8 g sproszkowanego p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,2 g, dodać 100 cm³ zobjętnionej wobec błękitu bromofenolowego wody destylowanej, 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 niebieskofioletowo.

5.4.4. Oznaczenie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Benzen cz.d.a.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczenia. W naczyniu wagowym odważyć dla gatunku I - 10 g, dla gatunku II - 0,5 g p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,0002 g i przenieść ilościowo do suchego rozdzielacza pojemności 250 cm³, przepłukując naczynko 20 cm³ benzenu. Do rozdzielacza dodać jeszcze 30 cm³ benzenu i wytrząsać do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Następnie dodać 50 cm³ wody destylowanej zakwaszonej 1,5 cm³ roztworu kwasu solnego i zawartość rozdzielacza dobrze wytrząsać. Po rozwarstwieniu się mieszaniny, warstwę wodną (dolną) spuścić do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ a do warstwy benzenowej (górnej) dodać 25 cm³ wody destylowanej, zakwaszonej 1 cm³ roztworu kwasu solnego i energicznie wytrząsać. Po rozwarstwieniu się, warstwę wodną dołączyć do poprzedniego ekstraktu i kolbę uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Zawartość kolby dokładnie wymieszać i dalej postępować wg PN-68/C-04521 p. 2.5.6.

Zawartość żelaza (X₂) w procentach wagowych obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot Q \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 20} = \frac{V \cdot Q}{m \cdot 2} \quad (2)$$

w którym:

- V - objętość roztworu wzorcowego żelaza użytego do miareczkowania, cm³,
- Q - ilość żelaza zawartego w 1 cm³ roztworu wzorcowego stosowanego do miareczkowania, mg,
- m - odważka badanego produktu, g.

5.4.5. Oznaczenie składników nierozpuszczalnych w benzenie. Odważyć 100 g p-dwuchlorobenzenu z dokładnością do 0,2 g, wsypać do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ i dodać 150 cm³ benzenu cz. Zawartość kolby ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej o temperaturze około 50°C do całkowitego rozpuszczenia. Sączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 105°C tygiel G-3 lub gęsty sączek. Pozostałość przemyci kilkakrotnie benzenem i suszyć do stałej masy w temperaturze 105°C.

Ważyc z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość składników nie rozpuszczalnych w benzenie (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m₁ - masa składników nierozpuszczalnych w benzenie, g,
- m - odważka badanego produktu, g.

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

5.5. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii dostarczonego produktu, producent zobowiązany jest wystawić i przelać odbiorcy zaświadczenie, w którym między innymi należy podać wyniki z przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6026-58

1. Istotne zmiany do stosunku do PN-60/C-33018

- zaostrzono w gatunku I wymagania dotyczące zawartości wody, żelaza i części nierozpuszczalnych w benzenie,
- zamiast oznaczania temperatury topnienia wprowadzono oznaczanie temperatury krzepnięcia,
- uściślono metodę oznaczania wody i żelaza,
- uściślono i zaktualizowano postanowienia dotyczące pakowania, przechowywania i transportu.

Dotychczas obowiązująca PN-60/C-33018 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1973 r.

2. Odpowiedniki w normach zagranicznych

RWPG GOCT 12332-66
 CSRS ČSN 662141
 Rumunia STAS 4946-55