

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6193-14
	Czterochlorek węgla	51
		Grupa katalogowa X52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest czterochlorek węgla stosowany jako odczynnik chemiczny.

Czterochlorek węgla ma:

- wzór chemiczny - CCl_4 ,
- masę cząsteczkową: 153,82 (1961 r.).

1.2. Normy związane

- PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne wykonywania analiz chemicznych
- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości masy właściwej
- PN/C-04512 Oznaczanie granic temperatury wrzenia jednorodnych substancji organicznych
- PN-68/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki czterochloru węgla oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia czterochloru węgla chemicznie czystego:

CZTEROCHLOREK WĘGLA ch.cz. BN-69/6193-14

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Czterochlorek węgla powinien mieć postać bezbarwnej, przezroczystej, niepalnej cieczy, nie mieszającej się z wodą, mieszającej się we wszystkich stosunkach z alko-

holem etylowym, eterem i innymi rozpuszczalnikami organicznymi.

Należy unikać wdychania par czterochloru węgla oraz zetknięcia ze skórą.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Gęstość ρ_4^{20} , g/ml	1,5930÷ 1,5960	1,5930÷ 1,5960	1,5910÷ 1,5970
b) Zakres temperatur wrzenia; co najmniej 95% obj. destyluje w granicach temperatur, °C	76÷77	76÷77	75,5÷77,5 w granicach) 1,5 °C
c) Współczynnik załamania światła n_D^{20}	1,460÷ 1,461	1,460÷ 1,461	nie normalizuje się
d) Pozostałości nielotnej, %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
e) Wolnych kwasów (w przeliczeniu na HCl), %, nie więcej niż	0,0002	0,0002	0,0004
f) Aldehydów (w przeliczeniu na HCOH), %, nie więcej niż	0,00009	0,0001	0,0005
g) Wolnego chloru (Cl_2), %, nie więcej niż	0,00009	0,00009	0,00018
h) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0001	0,0001	0,0005
i) Substancji zużywających jod (HCOH), %, nie więcej niż	0,0002	0,0002	0,0004
j) Substancji organicznych obcych (próba z kwasem siarkowym)	nie zawiera wg 5.2.10		
k) Fosgenu	nie zawiera wg 5.2.11		
l) Dwusiarczku węgla (CS_2), %, nie więcej niż	0,0002	0,0002	0,001

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Czterochlorek węgla należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: butelki szklane z doszlifowanym korkiem, butelki szklane z nakrętką i korkiem zwykłym, polietylenowym lub z innego tworzywa sztucznego albo z nakrętką i suberytową podkładką, balony szklane.

Objętość opakowań: 100, 250, 500, 1000 ml, 50 l.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 5 grudnia 1969 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 3/1970 poz. 31)

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Przechowywanie i transport czterochloru węgla powinny odbywać się w temperaturze nie niższej niż -20°C .

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-54/C-80047. Masa pobranej średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 1 kg.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie gęstości należy wykonać piknometrem w temperaturze 20°C wg PN-66/C-04004.

5.2.2. Oznaczanie zakresu temperatury wrzenia - wg PN/C-04512.

5.2.3. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Oznaczanie współczynnika załamania światła należy wykonać wg PN-68/C-04952 w temperaturze 20°C .

5.2.4. Oznaczanie zawartości pozostałości nielotnej. Należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-01055. 200,00 g (około 125,0 ml) badanego czterochloru węgla odparować do sucha na łaźni wodnej w parownicy szklanej lub porcelanowej, uprzednio wysuszonej do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g.

Otrzymaną pozostałość wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy i zważyć.

Zawartość pozostałości nielotnej (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{200}$$

w którym a - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.5. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (HCl)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. lub wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

b) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

c) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 100,00 g (około 62,3 ml) badanego czterochloru węgla umieścić w rozdzielaczu pojemności 100 ml, dodać 40 ml wody i wytrząsać zawartość rozdzielacza w ciągu 1 min. Po rozdzieleniu się warstw warstwę wodną oddzielić, do 20,0 ml wodnego roztworu (50 g preparatu) dodać 0,05 ml roztworu oranżu metylowego i miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego do zmiany zabarwienia na żółte.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się nie więcej niż:

dla odczynnika ch.cz. - 0,03 ml,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 ml,

dla odczynnika cz. - 0,06 ml roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego. 1 ml ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego odpowiada 0,0036 g kwasu solnego.

5.2.6. Oznaczanie zawartości aldehydów (HCHO)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik fuksynosiarkowy przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.26.

b) Roztwór wzorcowy zawierający HCHO przygotowany wg PN-68/C-06500, roztwór 10+90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg HCHO.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 40,00 g (około 25,0 ml) badanego czterochloru węgla dla odczynników ch.cz. i cz.d.a. lub 20,00 g (około 12,5 ml) dla odczynnika cz. wytrząsać w rozdzielaczu z 10 ml wody w ciągu 1 min. Po rozdzieleniu się warstw warstwę wodną oddzielić, do 5 ml wodnego roztworu (20 g preparatu ch.cz. i cz.d.a. lub 10 g preparatu cz.) dodać 1 ml odczynnika fuksynosiarkowego i pozostawić w ciemności na 30 min.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe czerwone zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,018 mg HCHO,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg HCHO,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg HCHO

i te same ilości odczynnika fuksynosiarkowego.

5.2.7. Oznaczanie zawartości wolnego chloru (Cl_2)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a. roztwór 25-procentowy.

c) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 40,00 g (około 25 ml) badanego czterochloru węgla dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 20,00 g (około 12,5 ml) dla odczynnika cz. wytrząsać w ciągu 1 min z 1 ml roztworu jodku potasowego, 9 ml wody i 0,1 ml roztworu kwasu solnego.

Po rozdzieleniu się warstw warstwę wodną oddzielić do wodnego roztworu, dodać 1 ml roztworu skrobi i pozostawić na 1 min.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 1 min niebieskie zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1 ml roztworu jodku potasowego, 9 ml wody, 0,1 ml roztworu kwasu solnego i 1 ml roztworu skrobi.

5.2.8. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Wzorcowy roztwór chlorków przygotowany wg

PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania 20,00 g (około 12,5 ml) badanego czterochlorku węgla wytrząsać w ciągu 1 min z 20 ml wody.

Po rozdzieleniu się warstw warstwę wodną oddzielić i w razie potrzeby przesączyć przez uprzednio przemyty gorącą wodą sączek. Do 10 ml przesącza dodać 1,5 ml wody, 1 ml roztworu kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 20 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. - 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl^-
- i te same ilości odczynników.

5.2.9. Oznaczanie zawartości substancji zużywających jod. 40,00 g (około 25 ml) badanego czterochlorku węgla dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 20,00 g (12,5 ml) dla odczynnika cz. umieścić w cylindrze pomiarowym z doszlifowanym korkiem, dodać 0,05 ml 0,1n roztworu jodu cz.d.a. i wytrząsnąć.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom normy, jeżeli fioletowe zabarwienie badanego roztworu nie zniknie w ciągu 30 min. 1 ml ściśle 0,01n roztworu jodu odpowiada 0,0015 g HCHO .

5.2.10. Sprawdzenie nieobecności substancji organicznych obcych (próba z kwasem siarkowym)

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83).
- b) Formalina cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. Przy badaniu czterochlorku węgla ch.cz. do 20,0 ml preparatu dodać ostrożnie 25 ml kwasu siarkowego, 0,2 ml roztworu formaliny i wytrząsnąć w ciągu 1 min w cylindrze z doszlifowanym korkiem, uprzednio przepłukanym tym samym kwasem siarkowym.

Następnie roztwór pozostawić na 30 min wstrząsając co 5 min.

Badany czterochlorek węgla ch.cz. odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w 25 ml kwasu siarkowego 0,2 ml roztworu formaliny.

Przy badaniu czterochlorku węgla cz.d.a. i cz. do 20,0 ml preparatu dodać ostrożnie 5 ml kwasu siarkowego i wstrząsać w ciągu 5 min w cylindrze z dotartym korkiem uprzednio przepłukanym tym samym kwasem siarkowym.

Badany czterochlorek węgla cz.d.a. i cz. odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po rozdzieleniu się

warstw kwas siarkowy pozostanie bezbarwny lub będzie miał najwyżej blado żółty odcień.

5.2.11. Oznaczanie zawartości fosgeny

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) *p*-Dwumetyloaminobenzoesowy aldehyd cz.d.a.
- b) Dwufenyloamina cz.d.a.
- c) Alkohol etylowy rektyfikowany 96-procentowy.
- d) Papierki wskaźnikowe przygotowane w następujący sposób: 5,0 g *p*-dwumetyloaminobenzoesowego aldehydu i 5,0 g dwufenyloaminy rozpuścić w 100 ml alkoholu etylowego przy oziębieniu do temperatury $15 \div 18^\circ\text{C}$.

Tak przygotowanym roztworem nasycać w ciągu 30 min paski (20×50 mm) bibuły chromatograficznej.

Następnie paski wysuszyć na powietrzu nie zawierającym fosgeny i kwasów.

Na paskach nie powinno się pojawić żółte zabarwienie.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 20,0 ml badanego czterochlorku węgla umieścić w cylindrze pojemności 50 ml z doszlifowanym korkiem. W przestrzeni nad cieczą umieścić pasek papierka wskaźnikowego na fosgen, cylinder zamknąć szczelnie i pozostawić na 24 godz w ciemności.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pasek bibuły nie zabarwi się na żółty kolor.

5.2.12. Oznaczanie zawartości dwusiarczku węgla (CS_2)

5.2.12.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwory: 0,1n wodny i 10-procentowy alkoholowy.
- b) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- c) Siarczan miedziowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- d) Fenoloftaleina, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

e) Roztwór wzorcowy zawierający CS_2 , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg CS_2 .

5.2.12.2. Wykonanie oznaczania. 20,0 g (12,5 ml) badanego czterochlorku węgla umieścić w rozdzielaczu, dodać 5 ml alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego, dobrze wyklócić i pozostawić w spokoju na 1 godz. Następnie do otrzymanego roztworu dodać 10 ml wody, wyklócić, po rozdzieleniu się warstw oddzielić warstwę wodną i przesączyć ją do próbki przez sączek przemyty początkowo tym samym roztworem wodorotlenku potasowego, a następnie wodą.

Do przesącza dodać 1 kroplę roztworu fenoloftaleiny, kroplami roztworu kwasu octowego do odbarwienia i jeszcze nadmiar $1 \div 2$ kropli tego kwasu. Następnie do otrzymanego roztworu dodać 2 krople roztworu siarczanu miedziowego i wymieszać.

Badany czterochlorek węgla odpowiada wymaganiom

normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego, roz-

tworu kwasu octowego, fenoloftaleiny i roztworu siarczanu miedziowego dodawanych w tej samej kolejności oraz:

dla odczynników ch.cz. i cz.d.a. - 0,04 mg CS₂,
dla odczynnika cz. - 0,2 mg CS₂.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6193-14

1. Istotne zmiany do ZN-59/MPCh/N-851

- a) wprowadzono gatunek „chemicznie czysty”,
- b) podano wymagania dla produktu ch.cz., zastrzeżono wymaganie dla temperatury wrzenia dla produktu „czystego” oraz wprowadzono oznaczenie fosgenu do wszystkich gatunków,
- c) dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1133-67.

Dotychczas obowiązująca ZN-59/MPCh/N-851 zostaje unieważniona z dniem 30 czerwca 1970 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego:

PC-1133-67 Реактивы. Углерод четырехлористый

3. Symbol wg SWW dla gatunku:

ch.cz. 1331-439,

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-41.