

wycof 1.05.89

6102

ob. 88/6193-34

UKD 547.422.22-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72 6193-34
	Odczynniki Glikol etylenowy	
		Grupa katalogowa, X 52 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest glikol etylenowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Glikol etylenowy ma:

- a) wzór ogólny: $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$
- b) masę cząsteczkową: 62,068 (1961 r.)
- c) inne nazwy: Glikol.

1.2. Normy związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń i głównego składnika rozróżnia się dwa gatunki glikolu etylenowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia glikolu etylenowego czystego do analizy:

GLIKOL ETYLENOWY cz.d.a. BN-72/6193-34

¹⁾ Symbol wg SWW dla odczynnika:

- cz.d.a. - 1331-111,
- cz. - 1331-429.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Glikol etylenowy powinien mieć postać bezbarwnej oleistej cieczy o słabym zapachu, mieszej się w każdym stosunku z wodą i z alkoholem etylowym.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Glikol etylenowy, %, nie mniej niż	98	97
b) Gęstość (ρ_4^{20}), g/cm ³ , w granicach	1,113÷1,115	1,111÷1,115
c) Odczyn	obojętny	
d) Pozostałości po prażeniu, %, nie więcej niż	0,005	0,02
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0005

4. PAKOWANIE, PRZECZOWYWANIE I TRANSPORT

Glikol etylenowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

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

Objętość opakowań: 100, 250, 500, 1000 cm³.

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

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 600 cm³.

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 30 sierpnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 marca 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 21/1972 poz. 46)

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości glikolu etylenowego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Roztwór Hehnerscha przygotowany w następujący sposób: 74,564 g dwuchromianu potasowego cz.d.a. wsypać do 150 cm³ kwasu siarkowego (1,84) i rozcieńczyć wodą do 1 dm³.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Jodek potasowy cz.d.a.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,1n.
- Skrobia rozpuszczalna, wskaźnik, roztwór 1-procentowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 5,0000 g badanego glikolu etylenowego przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i dopełnić wodą do kreski. 25 cm³ tak przygotowanego roztworu odpipetować do kolby stożkowej pojemności 50 cm³, dodać 50 cm³ roztworu Hehnerscha i 50 cm³ kwasu siarkowego (30%). Kolbę ogrzewać pod przykryciem (zlewka odwrócona dnem do góry) na wrzącej łaźni wodnej przez 3 godz. Otrzymany roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

50 cm³ otrzymanego roztworu przenieść pipetą do kolby z korkiem na szlif pojemności 500 cm³, zawierającej 2,00 g jodku potasowego i 25,0 cm³ kwasu solnego. Otrzymany roztwór rozcieńczyć do objętości 250 cm³. Kolbę zatkać korkiem i roztwór dobrze wymieszać.

Wydzielony jod odmiareczkować tiosiarczanem sodowym, dodając pod koniec miareczkowania skrobi jako wskaźnika. Równolegle wykonać, w tych samych warunkach, z tymi samymi odczynnikami ślepą próbę w następujący sposób: 25 cm³ płynu Hehnerscha i 30 cm³ kwasu siarkowego ogrzewać w kolbie na wrzącej łaźni wodnej przez 2 godz.

Otrzymany roztwór ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. 50 cm³ otrzymanego roztworu zmiareczkować w taki sam sposób, jak przy wykonywaniu oznaczania.

Zawartość glikolu etylenowego w procentach (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(2V - V_1) \cdot 0,0062068 \cdot 100 \cdot 200}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarcznanu sodowego zużytego do zmiareczkowania w ślepej próbie, cm³,
 V₁ - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarcznanu sodowego zużytego do zmiareczkowania przy wykonywaniu oznaczania, cm³,

0,0062068 - ilość glikolu etylenowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu tiosiarcznanu sodowego, g,

m - odważka badanego glikolu etylenowego, g.

5.2.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać piknometrem pojemności 20 ÷ 25 cm³ w temperaturze 20°C wg PN-66/C-04004.

5.2.3. Sprawdzanie odczynu. Próbkę badanego glikolu etylenowego w ilości około 10 cm³ rozcieńczyć równą objętością wody. Kropla otrzymanego roztworu umieszczona na czerwonym i niebieskim papierku lakmusowym nie powinna wywołać zmiany barwy papierków.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu 60,00 g badanego glikolu etylenowego w uprzednio wyprażonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym, ogrzać do wrzenia i zapalić. Otrzymaną pozostałość wyprażyć do stałej masy.

Badany glikol etylenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy dla odczynnika:

- cz.d.a. - 3 mg,
 cz. - 12 mg.

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego glikolu etylenowego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 (sposób A).

- Do roztworów porównawczych dodać dla odczynnika:
 cz.d.a. - 0,025 mg Cl⁻,
 cz. - 0,05 mg Cl⁻.

5.2.6. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego glikolu etylenowego rozpuścić w 46 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 (sposób A).

- Do roztworu porównawczego dodać dla odczynnika:
 cz.d.a. - 0,1 mg SO₄²⁻.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego glikolu etylenowego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515.

- Do roztworów porównawczych dodać dla odczynnika:
 cz.d.a. - 0,05 mg Pb²⁺,
 cz. - 0,1 mg Pb²⁺.

5.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2 oraz kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego glikolu etylenowego umieścić w porcelanowej parownicy i ogrzać do zwęglenia, następnie wyprażyć w płomieniu palnika. Po ochłodzeniu dodać do

pozostałości 2 cm³ kwasu azotowego (1,4) i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 1 ml kwasu azotowego (1,15) i 19 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04525 p. 2.5.3.

Badany glikol etylenowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i za-

wierającego w tej samej objętości pozostałość po odparowaniu 2 cm³ kwasu azotowego (1,4) rozpuszczoną w 1 cm³ kwasu azotowego i 19 cm³ wody, oraz dla odczynnika:

cz.d.a. - 0,01 mg Fe³⁺,

cz. - 0,05 mg Fe³⁺

i te same ilości odczynników.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6193-34

Dotychczasowe normy. Dotychczas obowiązująca norma ZN-64/MPCh/N-868 zostaje unieważniona z dniem 1 marca 1973 r.