wyk 28 I. 98 (N 5/98)
zak PN-C-88014:98

UKD 66 062 539

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Epichlorohydryna techniczna	BN-88 6026-81 Grupa katalogowa 1021

BN-88/6026-81 eqv CT СЭВ 5110-85

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest epichlorohydryna techniczna otrzymywana przez chlorohydroksylowanie chlorku allilu

Epichlorohydryna ma
a) wzor sumaryczny C_3H_5OCl,
b) wzor budowy $H_2C\text{-}CH\text{-}CH_2\text{-}Cl$ (O),
c) masę molową 92,53 g/mol (1969 r),
d) nazwę chemiczną 1-chloro-2,3-epoksypropan,
e) własnosci szkodliwe dla zdrowia, łatwopalne, wybuchowe w mieszaninie z powietrzem

1 2 Zakres stosowania przedmiotu normy Epichlorohydrynę stosuje się do produkcji zywic epoksydowych, elastomerow poliuretanowych oraz gliceryny syntetycznej

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2 1 Gatunki W zaleznosci od jakości rozróżnia się trzy gatunki epichlorohydryny oznaczone symbolami S (specjalny), I i II

2 2 Przykład oznaczenia epichlorohydryny gatunku I
EPICHLOROHYDRYNA I BN-88/6026-81

3 WYMAGANIA

3 1 Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Gatunek		
	S	I	II
a) Wygląd zewnętrzny	ciecz bezbarwna przezroczysta bez zanieczyszczeń mechanicznych		
b) Zawartosc epichlorohydryny %(*m/m*) nie mniej niz	99 5	99 0	98 0
c) Zawartośc zanieczyszczen organicznych wymienionych w tabl 3 %(*m/m*) nie więcej niz	0 45	0 9	1,7
d) Zawartośc wody %(*m/m*) nie więcej niż	0 05	0,1	0 3
e) Gęstosc w 20°C g/ml	1 179 – 1 182	1 179 – 1 182	1 175 – 1 185
f) Barwa jednostki Hazena nie więcej niż	15	15	50

Zgłoszona przez Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1989 r
(Dz Norm i Miar nr 2/1989 poz 4)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE „ALFA" 1989 Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 0 80 Nakł 1800 + 45 Zam 249/89

751-

3 2 Trwałość Epichlorohydryna przechowywana zgodnie z 4 2 powinna odpowiadac wymaganiom wg 3 1 w ciągu co najmniej 6 miesięcy licząc od daty produkcji

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4 1 Pakowanie Epichlorohydrynę nalezy dostarczac w stalowych cysternach kolejowych lub samochodowych z gornym spustem albo w bębnach metalowych wg BN-87/5046-01 lub BN-87/5046-03 Cysterny i bębny metalowe powinny byc przed napełnieniem przedmuchane suchym azotem

W przypadku stwierdzenia pozostałosci w opakowaniu nalezy wykonac badania pozostałosci potwierdzające zgodnosc z wymaganiami normy Jezeli wyniki analizy nie odpowiadają wymaganiom wg rozdz 3, pozostałosc usunąc metodą podcisnieniową, opakowanie wymyc i wysuszyc Opakowania napełniac epichlorohydryną najwyzej do 93% objętosci

Na kazdym bębnie umieścic napis wykonany wg PN-85/O-79252 zawierający co najmniej

a) nazwę lub znak wytworcy,
b) oznaczenie wg rozdz 2,
c) nr partii,
d) masę brutto i netto,
e) napis „Bębny z produktem składowac w 1 warstwie, transportowac w 2 warstwach",
f) znaki niebezpieczenstwa 6 1 i 3 wg RID/ADR[1)]

W przypadku cystern informacje wg poz a) — d) podac w dokumentach towarzyszących Natomiast cysterny oznakowac po obu stronach nalepką nr 6 1 i 3 wg RID/ADR oraz tablicą z numerami identyfikacyjnymi $\frac{63}{2023}$

Znakowanie opakowan produktu przeznaczonego na eksport nalezy kazdorazowo uzgodnic z eksporterem

4 2 Przechowywanie Epichlorohydrynę nalezy przechowywac w zbiornikach stalowych w atmosferze ochronnej suchego azotu Epichlorohydrynę w bębnach przechowywac w nieogrzewanych pomieszczeniach dostosowanych do przechowywania materiałow łatwopalnych i środkow szkodliwych dla zdrowia Epichlorohydrynę w bębnach nalezy ustawiac w jednej warstwie wlewem bocznym do gory

4 3 Formowanie jednostek ładunkowych W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe formowac na paletach wg PN-81/M-78216 Ładunek na palecie powinien byc zabezpieczony przed przemieszczaniem i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową

4 4 Transport Epichlorohydryna jest materiałem niebezpiecznym podlegającym przepisom RID klasa 6 1, lm 601, p 16b i ADR klasa 6 1, lm 2601, p 16b)[1)]

Epichlorohydrynę nalezy przewozic cysternami samochodowymi lub kolejowymi Epichlorohydrynę w bębnach nalezy przewozic krytymi srodkami transportu ustawiając bębny scisle obok siebie najwyzej w dwoch warstwach Bębny zabezpieczyc klinami drewnianymi przed przemieszczaniem w czasie transportu

5 BADANIA

5 1 Rodzaje badan

a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3 1a),
b) oznaczanie zawartosci epichlorohydryny i zanieczyszczen organicznych (3 1b i 3 1c),
c) oznaczanie zawartosci wody (3 1d),
d) oznaczanie gęstosci (3 1e),
e) oznaczanie barwy (3 1f)

5 2 Wielkosc partii Partię produktu stanowi zawartosc jednej cysterny lub najwyzej 400 bębnow napełnionych epichlorohydryną z jednego zbiornika magazynowego

5 3 Pobieranie probek i przygotowywanie sredniej probki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500 Probki nalezy pobierac z kazdej cysterny, a w przypadku partii produktu w bębnach w zaleznosci od jej licznosci nalezy wybrac, w sposob losowy, liczbę opakowan jednostkowych wg tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowan w partii	Liczba opakowan do pobrania probek jednostkowych
do 15	5
16 — 25	7
26 — 63	8
64 — 160	9
161 — 400	10

Probki pierwotne pobierac z bębnow probnikiem 1, a z cystern — probnikiem 5 wg PN-74/C-60008 U producenta dopuszcza się pobieranie probek z rurociągu tłoczonego w trakcie napełniania cysterny Pobrane probki pierwotne połączyc, wymieszac i z tak przygotowanej probki ogolnej pobrac srednią probkę laboratoryjną o objętosci nie mniejszej niz 500 ml Srednią probkę laboratoryjną nalezy podzielic na dwie częsci, z ktorych jedną przeznaczyc do badan, a drugą przechowywac do analizy kontrolnej w ciągu 2 miesięcy, a w przypadku partii eksportowych — w ciągu 3 miesięcy

5 4 Opis badan

5 4 1 Sprawdzanie wyglądu Do probowki z bezbarwnego szkła o srednicy około 16 mm wlac tyle badanej epichlorohydryny, aby wysokosc słupa cieczy wynosiła 100 mm Probkę badac na białym tle w swietle przechodzącym i odbitym

Oględziny wykonac gołym lub skorygowanym okiem bez stosowania przyrządow optycznych

5 4 2 Oznaczanie zawartosci epichlorohydryny i jej zanieczyszczen organicznych

5 4 2 1 Zasada metody Metoda polega na chromatograficznym rozdzieleniu poszczegolnych zanieczyszczen organicznych od głownego składnika, a następnie ilosciowym oznaczaniu ich zawartosci metodą wzorca wewnętrznego Zawartosc epichlorohydryny obliczyc przez odjęcie od 100 sumy zanieczyszczen i zawartosci wody Do oceny ilościowej dopuszcza się rowniez me-

[1)] Patrz Informacje dodatkowe p 2

todę normalizacji wewnętrznej w przypadku stosowania chromatografu wyposazonego w integrator elektroniczny Obliczając zawartosc epichlorohydryny i jej zanieczyszczen wg tej metody nalezy rowniez uwzględnic zawartosc wody

5 4 2 2 Odczynniki i materiały

a) Gaz nosny — hel sprężony wg BN-80/6017-15, argon sprężony wg BN-69/6017-09 lub azot techniczny sprężony gatunek I wg PN-71/C-84912

b) Wodor sprężony gatunek I wg PN-61/C-84908

c) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913 wolne od węglowodorow

d) Nosnik diatomitowy o gradacji 0,14 — 0,17 mm (80 — 100 mesh, Chromosorb W NAW)

e) Faza nieruchoma — poli(adypinian glikolu propylenowego) lub glikol polipropylenowy (Reoplex 400 lub Ucon LB-550-X)

f) Cykloheksanon, heksanol lub heksadekan chromatograficznej czystosci (wzorzec wewnętrzny)

g) Substancje wzorcowe epichlorohydryny i oznaczanych zanieczyszczen organicznych chromatograficznej czystosci

h) Metanol wg BN-75/6193-71

5 4 2 3 Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy wyposazony w

— detektor płomieniowo-jonizacyjny umozliwiający oznaczanie minimum 0,005 %(*m/m*) *i*-tego składnika w epichlorohydrynie przy wysokosci jego piku nie mniejszej niz 10 mm,

— programator temperatury,

— rejestrator o zakresie pomiarowym do 10 mV,

— kolumnę chromatograficzną ze stali nierdzewnej o sredncy wewnętrznej około 3 mm i długosci 2,5 m

b) Integrator elektroniczny lub linijka z podziałką milimetrową oraz lupa miernicza z podziałką co 0,1 mm

c) Mikrostrzykawka pojemnosci 0,001 lub 0,01 ml

5 4 2 4 Przygotowanie wypełnienia kolumny Na wysuszony w temperaturze 200°C nosnik nanieść 15%(*m/m*) fazy nieruchomej w stosunku do sumy masy nosnika i fazy nieruchomej W tym celu nalezy do odpowiedniej ilosci fazy nieruchomej rozpuszczonej w metanolu wsypac małymi porcjami odwazony nosnik, a następnie ciągle mieszając powoli oddestylowac metanol umieszczając kolbę w gorącej łazni wodnej i podłączając do prozni wytwarzanej przez pompkę wodną Wysuszyc wypełnienie do całkowitego usunięcia metanolu Przygotowanym wypełnieniem napełnic umytą i dokładnie osuszoną kolumnę chromatograficzną i kondycjonowac przez 24 h w temperaturze 190°C przy niewielkim przepływie gazu nosnego

5 4 2 5 Warunki oznaczania Uruchomic chromatograf zgodnie z instrukcją obsługi i ustalic następujące parametry

— temperaturę termostatu kolumn — programowana,

— izotermę początkową 70°C w ciągu 7 min,

— szybkosc przyrostu temperatury 5°C/min,

— izotermę koncową 150°C w ciągu 10 min,

— temperaturę odparowalnika 250°C,

— temperaturę detektora 200°C,

— prędkosc przepływu gazu nosnego 15 — 30 ml/min,

— prędkosc przepływu wodoru i powietrza zgodnie z instrukcją obsługi chromatografu

5 4 2 6 Wyznaczanie współczynników korekcyjnych Przygotowac mieszaninę wzorcową zawierającą epichlorohydrynę, substancje wzorcowe o składzie zbliżonym do analizowanej proby i wzorzec wewnętrzny dodany w ilosci nie większej niz 0,1%(*m/m*) masy mieszaniny wzorcowej Wszystkie wazenia wykonac z dokładnoscią do 0,0002 g Wprowadzic do chromatografu 0,0005 — 0,001 ml tak przygotowanej mieszaniny wzorcowej i chromatografowac ją w takich samych warunkach, jak badaną probkę Współczynnik korekcyjny ($K_{E\,i}$) dla poszczególnych składnikow obliczyc wg wzoru

$$K_{E\,i} = \frac{A_i \quad m_E}{A_E \quad m_i} \qquad (1)$$

w ktorym

A_i — wielkość piku składnika *i* zmierzona jak w 5 4 2 8,

A_E — wielkość piku wzorca wewnętrznego,

m_E — masa wzorca wewnętrznego, g,

m_i — masa składnika *i*, g

W przypadku zastosowania metody normalizacji wewnętrznej przygotowac mieszaninę wzorcową również o składzie zbliżonym do próby analizowanej, ale bez wzorca wewnętrznego

Współczynnik korekcyjny (K_i) dla poszczególnych składników obliczyc wg wzoru

$$K_i = \frac{E_i}{A_i} \qquad (2)$$

w ktorym

E_i — zawartosc składnika *i* w mieszaninie wzorcowej, %(*m/m*),

A_i — udział wielkosci piku składnika *i* w sumie wielkosci pikow wszystkich składnikow mieszaniny wzorcowej na chromatogramie, %(*m/m*)

5 4 2 7 Wykonanie chromatogramu wzorcowego i wyznaczanie czasów retencji Na podstawie uzyskanego chromatogramu mieszaniny kalibracyjnej wykonanego w warunkach zgodnie z 5 4 2 5 ustalic czasy retencji poszczególnych składnikow (tabl 3)

Tablica 3

Lp	Składnik	Względny czas retencji
1	Chlorek izopropylu	0 08
2	Chlorek allilu	0 13
3	Składnik niezidentyfikowany	0,26
4	1 2-dwuchloropropan	0 32
5	2 3-dwuchloropropen	0 38
6	1 3-dwuchloropropen (cis lub trans)	0,44
7	Epichlorohydryna	0 55
8	Heksanol	0 98
9	Cykloheksanon	1 00
10	Heksadekan	1 03
11	Składnik niezidentyfikowany	1 13
12	1 2 3-trójchloropropan	1 20
13	1 3-dwuchloropropanol	1 53
14	1 2-dwuchloropropanol	1 71

Typowy chromatogram podano w załączniku

5 4 2 8 Wykonanie oznaczania Do uprzednio zwazonej kolbki z doszlifowanym korkiem odwazyc około 50 g epichlorohydryny, a następnie odwazyc taką ilosc wzorca wewnętrznego, aby jego zawartosc w probce nie była większa niz 0,1%(*m/m*) Wszystkie wazenia wykonac z dokładnoscią do 0,0002 g Zawartosc dokładnie wymieszac, pobrac mikrostrzykawką 0,0005 — 0,001 ml roztworu probki wprowadzic do aparatu i zarejestrowac chromatogram w warunkach podanych w 5 4 2 5 Identyfikację zanieczyszczen organicznych w epichlorohydrynie przeprowadzic na podstawie chromatogramu wzorcowego i podanych w tabl 3 względnych czasow retencji Powierzchnie pikow zmierzyc metodą trojkątow (iloczyn wysokosci piku i jego szerokosci w połowie wysokosci) lub za pomocą integratora elektronicznego

W przypadku zastosowania metody normalizacji wewnętrznej nie odwazac wzorca wewnętrznego do analizowanej proby, a powierzchnie wszystkich pikow zarejestrowanych na chromatogramie proby wyznaczyc za pomocą intogratora elektronicznego

5 4 2 9 Obliczanie wynikow Zawartosc poszczególnych zanieczyszczen organicznych w epichlorohydrynie (X_i) obliczyc w %(*m/m*) wg wzoru

$$X_i = \frac{A_i \quad K_{E\,i} \quad m_E}{m \quad A_E} \quad 100 \qquad (3)$$

w którym

A_i — wielkośc piku składnika *i* zmierzona jak w 5 4 2 8,

A_E — wielkośc piku wzorca wewnętrznego,

$K_{E\,i}$ — współczynnik korekcyjny składnika wyznaczony wg 5 4 2 6 obliczony wg wzoru (1),

m_E — masa wzorca wewnętrznego dodana do próbki, g,

m — masa próbki, g

Zawartosc epichlorohydryny (X) obliczyc w %(*m/m*) wg wzoru

$$X = 100 - \sum_{i=1}^{i=n} X_i - X_w \qquad (4)$$

w ktorym

$\sum_{i=1}^{i=n} X_i$ — sumaryczna zawartośc zanieczyszczen organicznych w badanej probce obliczonych wg wzoru (3), %(*m/m*)

X_w — zawartosc wody oznaczona wg 5 4 3, %(*m/m*)

Stosując metodę normalizacji wewnętrznej zawartosc poszczególnych składnikow analizowanej próby (X_i) obliczyc w %(*m/m*) wg wzoru

$$X_i = \frac{A_i \; K_i \; (100 - X_w)}{\sum_{i=1}^{i=n} A_i \; K_i} \qquad (5)$$

w ktorym

A_i — wielkosc piku składnika *i* zmierzona jak w 5 4 2 8,

K_i — współczynnik korekcyjny składnika *i* wyznaczony eksperymentalnie wg 5 4 2 6, a obliczony wg wzoru (2),

X_w — zawartosc wody oznaczona wg 5 4 3, %(*m/m*),

$\sum_{i=1}^{i=n} A_i K_i$ — suma iloczynów wielkosci pikow epichlorohydryny i poszczególnych jej zanieczyszczen i odpowiadających im współczynnikow korekcyjnych

5 4 2 10 Wynik oznaczania Za wynik oznaczania nalezy przyjąc srednią arytmetyczną co najmniej dwoch równoległych oznaczan, dla ktorych sumaryczna zawartosc zanieczyszczen nie różni się między sobą więcej niz 10% w stosunku do wartości niższej

5 4 3 Oznaczanie zawartości wody — wg PN-81/C-04959 p 2 6 Dopuszcza się stosowanie odczynnika Van der Meulens

5 4 4. Oznaczanie gęstości — wg PN-81/C-04504 p 2 1

5 4 5 Oznaczanie barwy — wg PN-81/C-04534/01 p 2 1

5 4 6 Zaokrąglanie i zapisywanie wynikow Przy obliczaniu wynikow stosowac zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p 3 3 2

5 5 Ocena partii Epichlorohydrynę nalezy uznac za zgodną z wymaganiami normy, jezeli wyniki badan wg 5 4 są zgodne z wymaganiami wg tabl 1

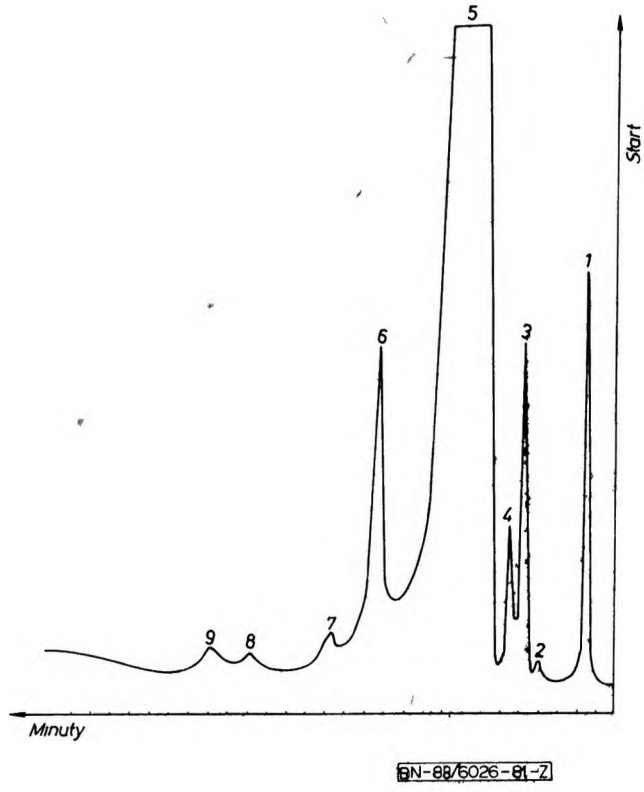
5 6 Świadectwo jakości Producent zobowiązany jest przesłac odbiorcy dla kazdej partii epichlorohydryny atest stwierdzający zgodnosc jakości z wymaganiami wg tabl 1

KONIEC

Załącznik
Informacje dodatkowe

ZAŁĄCZNIK

PRZYKŁAD CHROMATOGRAMU



1 — chlorek allilu *2* — 1 2-dwuchloropropan *3* — 2 3-dwuchloropropen *4* — 1,3-dwuchloropropen, *5* — epichlorohydryna *6* — cykloheksanon *7* — 1 2 3-trójchloropropan *8* — 1 3-dwuchloropropanol *9* — 1 2-dwuchloropanol

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM Bydgoszcz i Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA Kędzierz-Kozle

2 Normy i dokumenty związane

PN 67/C-04500 Produkty chemiczne Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-81/C-04504 Oznaczanie gęstości (masy właściwej) produktów chemicznych ciekłych

PN-81/C-04534/01 Analiza chemiczna Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa)

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartosci wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-74/C-60008 Probniki do pobierania produktów bezkształtnych

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84913 Powietrze sprężone

PN 81/M 78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-70/N 02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

BN-87/5046-01 Opakowania transportowe metalowe Bębny z obręczami wytłaczanymi

BN-87/5046-03 Opakowania transportowe metalowe Bębny z obręczami nasadzanymi

BN-69/6017-09 Gazy szlachetne Argon spawalniczy sprężony

BN 80/6017-15 Hel gazowy czysty 45

BN 75/6193-71 Odczynniki Metanol

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r Prawo przewozowe (Dz U nr 53 poz 272 z 1984 r)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz TiZK nr 9 poz 68 z 1985 r)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonow towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz TiZK nr 15 poz 119 z 1981 r) wraz z poźniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon Pol nr 24 poz 123 z 1963 r i nr 35 poz 250 z 1968 r)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz TiZK nr 7 poz 35 z 1966 r) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrow Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz U nr 67 poz 301 z 1983 r) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID) Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTiF) (Dz TiZK nr 7 poz 44 z 1985 r) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczegolności warunkow przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz U nr 32 poz 169 z 1987 r)

3 Normy międzynarodowe i zagraniczne

RWPG CT СЭВ 5110-85 Эпихлоргидрин технический

ZSRR ГОСТ 12844-74 Эпихлоргидрин технический

4 Porównanie z normą CT СЭВ 5110-85 W stosunku do normy RWPG wprowadzono następującą zmianę chromatograficzną metodę oznaczania zawartości epichlorohydryny i jej zanieczyszczeń organicznych uzupełniono dopuszczeniem do oceny ilościowej metodę normalizacji wewnętrznej

5 Symbol wg SWW — 1241-372

6 Autorzy projektu normy — inż Krystyna Spinek mgr inż Maria Michalczyk — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM Bydgoszcz