

wyciąg 1.08.83
3/89 p 6
ob. 88/6193-94

7131

4x

UKD 547.313.2131-4

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69 6191-78
	Odczynniki Chlorek etylenu	
	Zamiast ZN-60/MPCh/N-891	
	Grupa katalogowa X 52	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek etylenu stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek etylenu ma:

- a) wzór chemiczny $C_2H_4Cl_2$,
- b) masa cząsteczkowa 98,97/1954 r./,
- c) inne nazwy - 1,2-dwuchloroetan.

1.2. Normy związane

- PN/C-04512 Oznaczanie granic temperatury wrzenia jednorodnych substancji organicznych
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii 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 dwa gatunki chlorku etylenu oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku etylenu czystego do analizy:

CHLOREK ETYLENU cz.d.a. BN-69/6191-78

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek etylenu powinien być cieczą bezbarwną, przezroczystą, o zapachu chloroformu, nie mieszającą się z wodą.

3.2. Wymagania fizyko-chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 5.2.1	
b) Gęstość (masa właściwa) ρ_4^{20}	1,2520÷1,2535	1,2510÷1,2540
c) Destylacja w temperaturze wrzenia i pod ciśnieniem 760 mmHg:		
- odczynnika cz.d.a. powinno przedestylować co najmniej 95% obj. w zakresie temperatur, °C	83÷85	-
- odczynnika cz.powinno przedestylować co najmniej 90% obj. w zakresie temperatur, °C	-	82÷85
d) Pozostałości nielotnej, %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Wolnego chloru, %, nie więcej niż	0,002	0,005
f) Chloru całkowitego, %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Nieobecność substancji organicznych zwęglających się kwasem siarkowym	wg 5.2.7	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Chlorek etylenu należy pakować w butelki szklane z nakrętką i korkiem polietylenowym, znakować i przechowywać wg PN-54/C-80001.

Masa opakowania netto: 100, 250, 500, 1000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

Polskie Odczynniki Chemiczne
 Ustanowiona przez Dyrektora Naczelnego Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 31 stycznia 1969 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1969 r. (Mon. Pol. nr 14/1969 poz. 110)

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 200 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Sprawdzenie tożsamości

- a) chlorek etylenu powinien palić się kopnącym płomieniem z zielonym krążkiem,
 b) przy ogrzaniu kropli badanego chlorku etylenu z 1 ml chinoliny powinno wystąpić czerwone zabarwienie.

5.2.2. Oznaczanie gęstości (masy właściwej). Masę właściwą oznaczyć piknometrem o pojemności 20+25 ml. Masę właściwą obliczyć w gramach na centymetr sześcienny wg wzoru

$$\rho_4^{20} = \frac{m_2 - m_1 \cdot 0,99823}{m_3 - m_1}$$

w którym:

- m_1 - masa pustego piknometru, g,
 m_2 - masa piknometru z badanym chlorkiem etylenu, g,
 m_3 - masa piknometru z wodą destylowaną w temperaturze 20°C, g,

0,99823 - współczynnik do przeliczenia ρ_{20}^{20} na ρ_4^{20} .

5.2.3. Oznaczanie temperatury wrzenia chlorku etylenu wykonać zgodnie z PN/C-04512.

5.2.4. Oznaczanie zawartości pozostałości nie-lotnej. 50,00 g (40 ml) badanego chlorku etylenu umieścić w parownicy kwarcowej wysuszonej uprzednio w temperaturze 110°C do stałej masy i odważonej z dokładnością do 0,0002 g, po czym odparować do sucha na łaźni wodnej nie dopuszczając do wrzenia badanej cieczy. Pozostałość wysuszyć w temperaturze 110°C do stałej masy.

Badany chlorek etylenu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. 1 mg,
 dla odczynnika cz. 2,5 mg,

5.2.5. Oznaczanie zawartości wolnego chloru(Cl)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 n.
 b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
 c) Azotan srebra cz., roztwór 0,1 n.
 d) Roztwór zawierający jony Cl^- , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony przed użyciem w stosunku 10+990. 1 ml roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g (1,6 ml odmierzone z dokładnością do 0,05 ml) badanego chlorku etylenu umieścić w cylindrze pojemności 25 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 10 ml wody zawierającej 0,5 ml roztworu wodorotlenku sodowego i dokładnie wytrząsnąć. Następnie po rozdziele-

niu się warstw pobrać pipetą 5 ml warstwy wodnej, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego i 0,5 ml roztworu azotanu srebra.

Badany chlorek etylenu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 5 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1 ml roztworu kwasu azotowego, 0,5 ml roztworu azotanu srebra oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. 0,02 mg Cl^- ,
 dla odczynnika cz. 0,05 mg Cl^- .

5.2.6. Oznaczanie zawartości chlorku całkowitego (Cl_2)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
 b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1 n.
 c) Roztwór zawierający jony Cl^- przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g/8 ml odmierzone z dokładnością do 0,1 ml badanego chlorku etylenu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 150+200 ml, dodać 50 ml wody. Kolbę zamknąć korkiem z otworem, w którym umieszczona jest chłodnica zwrotna i gotować zawartość kolby w ciągu 1 godz. Następnie roztwór ochłodzić i pozostawić w spokoju do rozdzielania się warstw. Pobrać pipetą 5 ml warstwy wodnej, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do 20 ml, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego i 0,5 ml roztworu azotanu srebra.

Badany chlorek etylenu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 5 min będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1 ml roztworu kwasu azotowego, 0,5 ml roztworu azotanu srebra oraz

- dla odczynnika cz.d.a. 0,05 mg Cl^- ,
 dla odczynnika cz. 0,1 mg Cl^- .

5.2.7. Próba na nieobecność substancji organicznych zwęglających się kwasem siarkowym. Do dwu próbek z bezbarwnego szkła uprzednio przemytego kwasem siarkowym (1,94) wlać po 5 ml kwasu siarkowego (1,84) i do jednej próbki dodać 5 ml pobranego pipetą chlorku etylenu cz. d.a. i wstrząsnąć. Druga próbka z kwasem siarkowym służy do porównywania. Badany chlorek etylenu odpowiada wymaganiom normy jako cz.d.a., jeżeli zabarwienie kwasu siarkowego w próbce z badaną próbką nie będzie różnić się od zabarwienia kwasu siarkowego w próbce służącej do porównania.

2 BN-69/6191-78 Odczynniki. Chlorek etylenu
1052

poprawka 1

W punkcie **5.2.6.2** w wierszu 15 po wyrażeniu: 5 minut, zamiast: będzie intensywniejsze, powinno być: nie będzie intensywniejsze (dalej bez zmian).

(Biuletyn PKNM&J nr 3/81 poz. 28)