

wycof 1.03.91  
12/90 p 28

6188

ob. 89/6193-52

UKD 543-4:547.412.123

SWW dla cz.d.a. 1331-43  
SWW dla cz. 1331-42

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-74</b>
	<b>Odczynniki</b>	<b>6193-52</b>
	<b>Chloroform</b>	Zamiast BN-65/6191-39
		Grupa katalogowa X 52

**1. WSTĘP**

Przedmiotem normy jest chloroform, stabilizowany alkoholem etylowym w ilości 0,6÷1,0%, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chloroform ma:

- a) wzór chemiczny CHCl<sub>3</sub>,
- b) masę cząsteczkową 119,38 (1967),
- c) inną nazwę: trójchlorometan.

**2. PODZIAŁ I OZNACZENIE**

**2.1. Gatunki.** W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki chloroformu

- cz.d.a. — czysty do analiz,
- cz. — czysty.

**2.2. Przykład oznaczenia** chloroformu czystego:  
CHLOROFORM cz. BN-74/6193-52

**3. WYMAGANIA**

**3.1. Wymagania organoleptyczne.** Chloroform powinien być cieczą niepalną, bezbarwną i przezroczystą, o charakterystycznym zapachu i słodkawym smaku, lotnym i nierozpuszczalną w wodzie. Z alkoholem i eterem miesza się w każdym stosunku.

**3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne**

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Gęstość $\rho_4^{20}$ , g/cm <sup>3</sup>	1,475 ÷ 1,481	
b) Granice temperatur wrzenia przy ciśnieniu 760 mm Hg, w których powinno przedestylować co najmniej 95% obj., °C	60,0 ÷ 62,0	59,0 ÷ 62,0
c) Pozostałości nietolnej, %, nie więcej niż	0,0006	0,002
d) Wolnych kwasów jako HCl, %, nie więcej niż	0,0001	0,0001
e) Chlorków, %, nie więcej niż	0,00003	0,0001
f) Wolnego chloru, %, nie więcej niż	0,00005	0,00005
g) Aldehydów, %, nie więcej niż	0,0005	0,0005

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
h) Wody, %, nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się
i) Zanieczyszczeń metalicznych	wg 5.2.9	
j) Zanieczyszczeń organicznych zwęglających się w kwasie siarkowym	wg 5.2.10	

**4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT**

**4.1. Pakowanie.** Chloroform należy pakować po 1000 g do butelek ze szkła oranżowego zamykanych korkami zwykłymi oraz nakrętkami bakelitowymi lub po 50 kg w balony szklane umieszczone w koszach metalowych wyłożonych wełną drzewną i zabezpieczone kołpakami wiklinowymi. Butelki powinny być umieszczone w kontenerach transportowych, zabezpieczone przed rozbiciem wełną drzewną lub papierem falowym wg BN-71/7369-01.

Znakowanie opakowań jednostkowych i transportowych powinno być zgodne z PN-70/C-80001. Na każdym opakowaniu transportowym należy ponadto umieścić:

- znak niebezpieczeństwa dla materiałów łatwopalnych wg PN-67/O-79252 p. 2.3.5,
- znaki manipulacyjne wg PN-67/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 oraz 2.4.4.

Chloroform należy zaliczyć do klasy towaru wg RID IVa zgodnie z PN-70/C-80001.

**4.2. Przechowywanie.** Chloroform należy przechowywać w chłodnych, przewiewnych i nienaświetlonych pomieszczeniach zgodnie z PN-70/C-80001.

**4.3. Transport.** Chloroform w opakowaniach jak w 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi zgodnie z PN-70/C-80001.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 22 czerwca 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 27/1974 poz. 85)

## 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047 do suchych butelek ze szkła oranżowego. Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1000 cm<sup>3</sup>.

### 5.2. Opis badań

**5.2.1. Oznaczanie gęstości** — wg PN-66/C-04004 p. 2.1, w temperaturze 20°C, stosując termometr o dokładności do 0,2°C i areometr o dokładności do 0,001 g/cm<sup>3</sup>.

**5.2.2. Oznaczanie granic temperatury wrzenia** — wg PN-69/C-04512. Za końcową temperaturę wrzenia należy przyjąć temperaturę odczytaną w chwili, gdy do odbieralnika przedestyluje 95 cm<sup>3</sup> cieczy.

**5.2.3. Oznaczanie pozostałości nielotnej.** Do platinowej lub szklanej parownicy wysuszonej uprzednio do stałej masy w temperaturze 105°C i zważonej z dokładnością do 0,0002 g odmierzyć cylindrem pomiarowym 68 cm<sup>3</sup> (100 g) badanego chloroformu. Zawartość parownicy odparować do sucha na łaźni wodnej. Parownicę z pozostałością suszyć w temperaturze 105°C przez 2 godz, wystudzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Badany chloroform odpowiada wymaganiom normy, jeśli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy dla odczynnika

cz.d.a. — 0,6 mg,  
cz. — 2 mg.

### 5.2.4. Oznaczanie wolnych kwasów jako HCl

#### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,01n.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,01n.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

**5.2.4.2. Wykonanie oznaczania.** Do 50 cm<sup>3</sup> wygotowanej i oziębionej wody destylowanej dodać 2 krople oranżu metylowego i zobojętnić roztworem kwasu solnego lub wodorotlenku sodowego. Do dwóch rozdzielaczy wlać po 25 cm<sup>3</sup> zobojętnionej wody i do pierwszego z nich dodać 54 cm<sup>3</sup> (80 g) badanego chloroformu, wyklócając zawartość przez 2 min.

Po rozwarstwieniu się cieczy oddzielić dolną warstwę chloroformu, a pozostałą warstwę wodną miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do otrzymania takiego zabarwienia, jakie ma woda zobojętniona w drugim rozdzielaczu.

Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na HCl ( $X_1$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,00036 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V$  — objętość 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,00036 — masa HCl odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego, g,  
 $m$  — odważka badanego chloroformu, g.

### 5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków

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

**5.2.5.2. Wykonanie oznaczania.** Do dwóch rozdzielaczy odmierzyć po 54 cm<sup>3</sup> (80 g) badanego chloroformu i po 40 cm<sup>3</sup> wody. Zawartość wytrząsać przez 3 min i pozostawić do rozwarstwienia. Po rozwarstwieniu się cieczy pobrać pipetą po 20 cm<sup>3</sup> ekstraktu wodnego, przenieść do 2 cylindrów kolorometrycznych i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany chloroform odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe zmętnienie w ekstrakcie wodnym po 10 min nie będzie silniejsze od zmętnienia w roztworze porównawczym równocześnie przygotowanym, zawierającym te same ilości odczynników, wody oraz dla odczynnika

cz.d.a. — 0,012 mg Cl,  
cz. — 0,04 mg Cl.

### 5.2.6. Oznaczanie zawartości wolnego chloru

#### 5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Dwuchromian potasowy cz.d.a.
- Kwas siarkowy (1,84) cz.d.a.
- Kwas solny (1,18) cz.d.a.
- o*-Tolidyna ( $\text{CH}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_3 \cdot \text{NH}_2$ )<sub>2</sub> cz., roztwór 0,1-procentowy w kwasie solnym: 1 g *o*-tolidyny (temperatura topnienia 129°C) utrzeć szklaną pałeczką w zlewce dodając małymi porcjami 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dodać 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

Roztwór powinien być klarowny i bezbarwny. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

- Siarczan miedziowy ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) cz.d.a.
- Wzorcowy roztwór barwy. W kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> rozpuścić 15 g siarcznanu miedziowego i 2,5 g dwuchromianu potasowego w 800 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Dodać 20 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, wymieszać i po ostudzeniu dopełnić wodą destylowaną do kreski.

1 cm<sup>3</sup> przygotowanego roztworu ma zabarwienie odpowiadające zawartości 0,01 mg wolnego chloru.

**5.2.6.2. Wykonanie oznaczania.** Do dwóch rozdzielaczy odmierzyć po 27 cm<sup>3</sup> (40 g) badanego chloroformu i po 40 cm<sup>3</sup> wody. Zawartość wyklócać przez 3 min i pozostawić do rozwarstwienia. Po rozwarstwieniu się cieczy pobrać pipetą z każdego rozdzielacza po 20 cm<sup>3</sup> ekstraktu wodnego, przenieść do 2 cylindrów kolorometrycznych i dodać po 2 cm<sup>3</sup> roztworu *o*-tolidyny.

Badany chloroform odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe żółte zabarwienie ekstraktu

wodnego po 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego zawierającego 21 cm<sup>3</sup> wody i 1 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu barwy.

### 5.2.7. Oznaczanie zawartości aldehydów

#### 5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Fuksyna zasadowa, roztwór wodny 0,1-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

c) Pirosiarczyn sodowy cz.d.a., roztwór. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> wprowadzić 6,5 g pirosiarczynu sodowego rozpuszczonego w 63 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

d) Odczynnik Schiffa sporządzony przez zmieszanie równych objętości roztworu fuksyny i roztworu pirosiarczynu sodowego. Roztwór należy stosować po całkowitym odbarwieniu. W tym celu po upływie około 1 godz dodać 1 g sproszkowanego węgla aktywnego, wytrząsnąć i przesączyć przez bibułę. Odczynnik przechowywać w chłodnym miejscu, w szczelnie zamkniętej butelce.

Do każdego oznaczania należy przygotować świeży roztwór porównawczy.

e) Chloroform cz.d.a. świeżo przedestylowany, nie zawierający aldehydów.

f) Roztwór wzorcowy aldehydu octowego zawierający w 1 cm<sup>3</sup> 0,0002 g aldehydu octowego. Do kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> z korkiem szlifowanym zawierającym 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i zważonej z dokładnością do 0,002 g odmierzyć 2,5 cm<sup>3</sup> (2 g) aldehydu octowego cz.d.a., świeżo destylowanego (temperatura wrzenia 20,8 °C). Kolbę ponownie zważyć i zawartość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór A). Znając dokładnie wielkość naważki aldehydu octowego, pobrać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> taką ilość cm<sup>3</sup> roztworu A, aby po dopełnieniu wodą do kreski i wymieszaniu uzyskać roztwór zawierający w 1 cm<sup>3</sup> 0,0002 g aldehydu octowego. Rozcieńczony roztwór należy przygotowywać bezpośrednio przed użyciem.

**5.2.7.2. Wykonanie oznaczania.** Do jednego rozdzielacza pojemności 100 cm<sup>3</sup> wlać 68 cm<sup>3</sup> (100 g) chloroformu wg 5.2.7.1 e), 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu aldehydu octowego, 2,5 cm<sup>3</sup> wody i wytrząsać przez 3 min.

Do drugiego takiego samego rozdzielacza wlać 68 cm<sup>3</sup> badanego chloroformu, 5 cm<sup>3</sup> wody i wymieszać.

Do obu rozdzielaczy dodać po 2,5 cm<sup>3</sup> odczynnika Schiffa, wytrząsać przez 10 min po czym pozostawić na 10 min celem rozdzielania się

warstw. Następnie porównać zabarwienie warstw wodnych w obu rozdzielaczach.

Badany chloroform odpowiada wymaganiom normy, jeśli warstwa wodna znad badanego roztworu będzie bezbarwna lub będzie miała różowe zabarwienie słabsze od zabarwienia warstwy wodnej próbki porównawczej.

**5.2.8. Oznaczanie zawartości wody** — wg BN-67/6020-01. Do oznaczania pobrać 20 cm<sup>3</sup> (30 g) badanego chloroformu, przenieść szybko do suchej zważonej kolby z korkiem, szczelnie zamknąć, zważyć i miareczkować odczynnikiem van der Meulena bez użycia dodatku metanolu.

Zawartość wody ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{M \cdot V \cdot 100}{m}$$

w którym:

$M$  — miano odczynnika van der Meulena, g H<sub>2</sub>O/cm<sup>3</sup>,

$V$  — objętość odczynnika van der Meulena zużyta do miareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka badanego chloroformu, g.

### 5.2.9. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń metalicznych

**5.2.9.1. Odczynniki.** Ditizon, roztwór 0,1-procentowy w chloroformie.

**5.2.9.2. Wykonanie oznaczania.** Do 50 cm<sup>3</sup> badanego chloroformu dodać 0,3 cm<sup>3</sup> roztworu ditionu i wymieszać. Powstałe zielone zabarwienie nie powinno mieć różowego ani żółtego odcienia oraz nie powinno zanikać po upływie 10 min.

**5.2.10. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych zwęglających się w kwasie siarkowym.** Do suchego cylindra z korkiem szlifowanym, uprzednio wymytego kwasem siarkowym odmierzyć 20 cm<sup>3</sup> badanego chloroformu i 10 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego cz.d.a. (1,835).

Cylinder zamknąć dokładnie korkiem, wytrząsać przez 1 min i pozostawić do rozwarstwienia się cieczy.

Badany chloroform odpowiada wymaganiom normy, jeśli kwas siarkowy po rozwarstwieniu pozostanie bezbarwny.

**5.2.11. Interpretacja wyników.** Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120, p. 3.3.2 (metoda Z).

**5.2.12. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań.** Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o zgodności każdej partii produktu z wymaganiami normy.

**INFORMACJE DODATKOWE**

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-39**

a) wprowadzono ilościowe oznaczanie zawartości wolnych kwasów, wolnego chloru, aldehydów i wody,

b) zaostrzono zawartość pozostałości nietlonych,

c) usunięto oznaczanie zawartości fosgeny i alkoholu etylowego.

**3. Normy związane**

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie, transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-67/6020-01 Potencjometryczne oznaczanie zawartości wody w związkach organicznych odczynnikiem van der Meulena

BN-71/7369-01 Papiery, kartony i tektury wytłaczane oraz falowane

**4. Zawartość chloroformu** oznaczona metodą chromatografii gazowej waha się w granicach 98÷99%.

