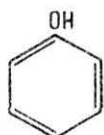


WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75 6193-65
	Odczynniki Fenol	Zamiast BN-65/6191-33
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest fenol stosowany jako odczynnik chemiczny. Fenol ma:

- a) wzór sumaryczny C_6H_5O ,
b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 94,11 (1961),
d) nazwę systematyczną hydroksybenzen.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki fenolu oznaczone:
cz.d.a. - czysty do analizy (pro analysi),
cz. - czysty (purum).

2.2. Przykład oznaczenia fenolu czystego do analizy:

FENOL cz.d.a. BN-75/6193-65

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania organoleptyczne. Fenol powinien mieć postać bezbarwnych kryształków lub białej krystalicznej masy - w czasie przechowywania może zmienić barwę do koloru różowego.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Fenol, %, co najmniej	99,1	98,4
b) Temperatura krzepnięcia, °C, co najmniej	40,5	40,3
c) Rozpuszczalność fenolu w wodzie określona opalescencją roztworu wzorcowego	wg 5.2.3	
d) Rozpuszczalność fenolu w roztworze wodorotlenku sodowego określona opalescencją roztworu wzorcowego	wg 5.2.4	
e) Pozostałość po odparowaniu, %, najwyżej ¹⁾	0,006	0,008
¹⁾ Wymaganie sprawdza się tylko raz na kwartał.		

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Fenol należy pakować po 1 kg do słoików wg BN-65/6831-12 o pojemności 800 cm³.

Słoiki należy zamykać nakrętkami z tworzywa sztucznego wyłożonymi uszczelkami tekturowymi i tomofanem od strony produktu wg BN-74/6385-03 ark. 12. Nakrętki należy dodatkowo zabezpieczyć wężykiem termoskurczliwym.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania z tym zastrzeżeniem, że zabezpieczy ono produkt w stopniu co najmniej równym jak wyżej wymienione i będzie miało wymiary zgodne z systemem wg PN-64/0-79021. Opakowania jednostkowe należy oznakować wg PN-70/C-80001 p. 4. Na etykietkach należy umieścić popielaty pasek z napisem "Żrące", oznaczenie klasy niebezpieczeństwa towaru V oraz napis "Środek szkodliwy".

Słoiki z fenolem należy pakować do opakowań transportowych (skrzynek lub pojemników) zabezpieczając je zgodnie z PN-70/C-80001 p. 3.3.6. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

Na opakowaniach transportowych należy umieścić co najmniej:

- a) oznaczenie wg 2.2,
b) znak niebezpieczeństwa dla materiałów żrących wg PN-67/0-79252 p. 2.3.6,
c) znaki manipulacyjne wg PN-67/0-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,
d) klasa niebezpieczeństwa V.

4.2. Przechowywanie. Fenol należy przechowywać wg PN-70/C-80001 p. 3.

4.3. Transport. Fenol należy transportować zgodnie z PN-70/C-80001 p. 6 oraz z przepisami o przewożeniu kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych, rozporządzeniem Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych w sprawie bezpieczeństwa ruchu i specjalnymi warunkami przewozu towarów niebezpiecznych.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego dnia 12 kwietnia 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1975 poz. 42)

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować dla obu gatunków postanowienia wg PN-70/C-80047. Z partii fenolu przedstawionej do odbioru należy wybrać w sposób losowy dwa opakowania.

Jedno opakowanie należy przeznaczyć do badań, a drugie należy przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 3 miesięcy od daty wysyłki. Próbkę do analizy rozjemczej należy oznakować i zarejestrować zgodnie z wytycznymi PN-70/C-80047 p. 6.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości fenolu

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Bromek-bromian potasowy, roztwór 0,1n. Odważyć 10,2 g bromku potasowego i 2,8 g bromianu potasowego, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, a następnie uzupełnić wodą do kreski. Roztwór mianować przez miareczkowanie 0,1n roztworem tiosiarczanu sodowego.

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

c) Kwas solny cz. (1,12).

d) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

e) Tiosiarczan sodowy cz., roztwór 0,1n.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g, spłukać ilościowo gorącą wodą do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, a następnie dobrze wymieszać przez wstrząsanie.

Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 cm³ odmierzyć 20 cm³ otrzymanego roztworu, dodać 40 cm³ roztworu bromku-bromianu potasowego, 25 cm³ wody i 10 cm³ kwasu solnego. Kolbę zatkać korkiem. Zawartość kolby dokładnie wymieszać i pozostawić na 15 min w ciemnym miejscu. Następnie odmierzyć cylindrem 10 cm³ roztworu jodku potasowego, szybko wlać do kolby i zatkać korkiem. Mieszanie dobrze wymieszać przez wstrząsanie i po 5 min miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do zabarwienia jasnożółtego, następnie dodać 1 cm³ roztworu skrobi i miareczkować dalej aż do całkowitego odbarwienia roztworu. Jednocześnie wykonać próbę kontrolną z 20 cm³ wody zamiast badanej próbki, stosując te same odczynniki.

Zawartość fenolu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0015685 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 20} = \frac{(V - V_1) \cdot 3,92125}{m} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próbki, cm³,

V_1 - objętość 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

m - odważka badanego fenolu, g,

0,0015685 - ilość fenolu odpowiadająca 1 cm³ 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.2.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,3 wartości bezwzględnej.

5.2.2. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać wg PN-75/C-04514 bez uprzedniego suszenia. Stosować termometr o działce elementarnej 0,1°C i obszarze mierniczym 0 ÷ 50°C.

Za wynik podać średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1°C.

5.2.3. Oznaczanie rozpuszczalności fenolu w wodzie

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,01n.

c) Woda destylowana świeżo wygotowana i ostudzona.

5.2.3.2. Przygotowanie roztworów wzorcowych. Do dwóch cylindrów pomiarowych z doszlifowanymi korkami, z jednakowego szkła i o jednakowych średnicach, odmierzyć 0,57 i 1,2 cm³ kwasu solnego, po 100 cm³ wody destylowanej, po 2 cm³ roztworu azotanu srebra i dopełnić wodą destylowaną do 150 cm³.

5.2.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w cylindrze pomiarowym z doszlifowanym korkiem w około 100 cm³ wody destylowanej wolnej od CO₂ i dopełnić wodą do poziomu roztworów wzorcowych (wg 5.2.3.2). Wytrząsać w ciągu 1 min i po 5 min porównać opalescencję badanej próbki z roztworem wzorcowym w świetle rozproszonym.

Jeżeli opalescencja badanego roztworu jest słabsza lub równa opalescencji roztworu wzorcowego zawierającego 0,57 cm³ roztworu kwasu solnego, fenol odpowiada wymaganiom dla gatunku cz.d.a.

Jeżeli opalescencja badanego roztworu jest słabsza lub równa opalescencji roztworu wzorcowego zawierającego 1,2 cm³ roztworu kwasu solnego, fenol odpowiada wymaganiom dla gatunku cz. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia.

5.2.4. Oznaczanie rozpuszczalności fenolu w roztworze wodorotlenku sodowego wykonać tak samo jak w 5.2.3 z tą różnicą, że zamiast wody destylowanej należy użyć do rozpuszczania fenolu 2n roztworu wodorotlenku sodowego.

5.2.5. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu.

W parownicy kwarcowej lub ze szkła boro-krzemianowego o średnicy 60 mm, wysuszonej do stałej masy w temperaturze 105°C, ochłodzonej w eksykatorze do temperatury otoczenia i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, odważyć 10 g badanej próbki z tą samą dokładnością, po czym odparować do sucha pod wyciągiem na łożni piaskowej lub powietrznej.

Parownicę z pozostałością suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość pozostałości po odparowaniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m_1 - masa pozostałości po odparowaniu, g,

m - masa badanej próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,002%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne OŚWIĘCIM w Oświęcimiu.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-33

- a) zaostrożono podstawowe wymagania techniczne,
- b) zaktualizowano postanowienia w zakresie pakowania, przechowywania i transportu,
- c) uzupełniono metody badań,
- d) wprowadzono informację odnośnie do sposobu udzielenia pierwszej pomocy.

3. Normy i dokumenty związane

PN-75/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych

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

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

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych.

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-65/6831-12 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Słoje typu POCH

BN-74/6385-03 ark. 12 Folia wiskozowa (Tomofan). Charakterystyka techniczna folii wiskozowej zwykłej

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dziennik Taryf i Zarządzeń Komunikacyjnych Nr 20 poz. 84 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U.PRL Nr 35, poz. 310)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej - stanowiące za-

łącznik 4 Umowy SMGS i Zarządzeń komunikacyjnych Nr 7 z 1966 r. poz. 35

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID) stanowiący załącznik 1 do Konwencji CIM (Dz.U.Nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

4. Pierwsza pomoc w przypadku narażenia się na działanie fenolu.

Przy silnym narażeniu się na działanie fenolu należy usunąć zagrożonego ze strefy zanieczyszczonej.

W przypadku zetknięcia się fenolu ze skórą lub dostania się do oka należy natychmiast zastosować płukanie dużą ilością letniej wody (wskazane strumieniem wody) do zaniku zapachu fenolu. Polaną fenolem odzież należy zdejmować pod natryskiem wody. Skórę zanieczyszczoną fenolem - po przepłukaniu letnią wodą - należy przecierać co najmniej przez 10 min tamponami zwilżonymi gliceryną, glikolem etylenowym lub mieszaniną glikolu i alkoholu etylowego w stosunku objętościowym 70 : 30.

Niezwłocznie wezwać pomoc lekarską.

Bez wskazania lekarza nie stosować maści oleistych i oleju.

5. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

CSRS ČSN 68 6221 (1957) Ciste chemikalie a cicidla. Fenol krystalický

ZSRR GOCT 6417-52 Reaktywy. Fenol

RWPG PC 3249-71 Reaktywy. Fenol

6. Pozostałe parametry dla odczynnika fenolu

a) Główny składnik oznaczony metodą chromatografii gazowej, %, co najmniej 99,9

b) Wody, % 0,05 ÷ 0,1

c) Żelaza, % 0,000002 ÷ 0,00001