

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Produkty organiczne Chloroparafina 40	6025-03
		Zamiast BN-78/6025-03
		Grupa katalogowa 1025

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chloroparafina 40 otrzymana przez chlorowanie rafinowanej parafiny o długości łańcucha $C_{20} - C_{25}$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Chloroparafinę 40 stosuje się jako plastifikator do tworzyw sztucznych, lakierów i gumy, do impregnacji materiałów włókienniczych, jako dodatek do olejów przekładniowych i olejów do obróbki metali oraz do innych zastosowań.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W chloroparafinie 40, w zależności od jakości, rozróżnia się 3 gatunki: S, I, II.

2.2. Przykład oznaczenia chloroparafiny 40 gatunku I:

CHLOROPARAFINA 40I BN-89/6025-03

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chloroparafina 40 w temperaturze 20°C powinna być gęstą cieczą.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Chloroparafinę 40 należy pakować w suche i czyste cysterny emaliowane lub wyłożone powłoką kwasoodporną albo w cysterny ze stali kwasoodpornej zaopatrzone w wężownice grzejne oraz w bębny z poliolefin wg BN-73/6411-03, pojemności 115 l. Dopuszcza się stosowanie innych opakowań uzgodnionych z odbiorcą, pod warunkiem że zabezpieczą one produkt co najmniej w takim stopniu, jak ww. opakowania i wymiarami będą zgodne z zasadami podanymi w PN-78/O-79021.

Opakowania należy napełniać najwyżej do 95% ich pojemności.

Na cysternach z chloroparafiną należy umieścić co najmniej następujące oznakowania:

- nazwę zakładu produkującego,
- nazwę produktu.

Na bębnach i innych opakowaniach transportowych należy umieścić etykietę zawierającą następujące dane:

- nazwę zakładu produkującego,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- datę produkcji.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	S	I	II
a) Gęstość ρ^{20} , g/cm ³	1,160÷1,185	1,160÷1,185	1,160÷1,195
b) Barwa w skali jodowej, nie więcej niż	13	20	nie normalizuje się
c) Związane chloru, %(m/m)	40÷44	40÷44	nie mniej niż 40
d) Lepkość w temperaturze 20°C, mPa·s	4500÷7000	4500÷7000	nie mniej niż 4000
e) Stabilność w przeliczeniu na HCl, po 4 h, w temperaturze 175°C, %(m/m), nie więcej niż	0,20	0,25	0,3
f) Substancji lotnych w temperaturze 130°C, %(m/m), nie więcej niż	0,15	0,20	nie normalizuje się
g) Kwasów w przeliczeniu na HCl, %(m/m), nie więcej niż	0,01	0,01	nie normalizuje się
h) Składników nierozpuszczalnych w trójkloroetylenie, %(m/m), nie więcej niż	0,03	0,03	nie normalizuje się
i) Wody, %(m/m), nie więcej niż	0,09	0,1	nie normalizuje się
j) Wolnego chloru	nie zawiera	nie zawiera	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 20 lipca 1989 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1990 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 9/1989, poz. 23)

— masę brutto i netto,
— napis: „Składować i ładować w jednej warstwie”.
Miejsce umieszczenia znaków — wg PN-85/O-79252.

4.2. Przechowywanie. Chloroparafinę 40 należy przechowywać w zbiornikach ze stali kwasoodpornej lub wyłożonych wewnątrz powłoką kwasoodporną, zaopatrzonych w płaszcz grzejny oraz w bębnach wg 4.1, w pomieszczeniach o temperaturze nie wyższej niż 30°C. Produkt przechowywany w tych warunkach powinien odpowiadać wymaganiom określonym w tabl. 1 w ciągu 3 miesięcy od daty wysyłki.

Bębny należy przechowywać w jednej warstwie.

4.3. Transport. Chloroparafina jest produktem nie stwarzającym zagrożenia w transporcie i nie podlega przepisom RID/ADR. Chloroparafinę w bębnach można przewozić dowolnymi środkami transportowymi, zgodnie z przepisami obowiązującymi dla transportu kolejowego i drogowego¹⁾.

Bębny z chloroparafiną należy ustawiać ściśle obok siebie, zamknięciami do góry, w jednej warstwie, tak aby ładunek tworzył zwartą całość, zabezpieczoną przed przesuwaniem się i uszkodzeniem w czasie transportu.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaj badań	Gatunek S i gatunek I		Gatunek II
	badania pełne	badania niepełne	
a) Sprawdzenie wymagań ogólnych	+	+	+
b) Oznaczanie gęstości	+	+	+
c) Oznaczanie barwy	+	+	-
d) Oznaczanie zawartości związanego chloru	+	+	+
e) Oznaczanie lepkości	+	+	+
f) Oznaczanie stabilności	+	+	+
g) Oznaczanie zawartości substancji lotnych	+	-	-
h) Oznaczanie zawartości kwasów	+	-	-
i) Oznaczanie zawartości składników nierozpuszczalnych w tróchloroetylenie	+	-	-
j) Oznaczanie zawartości wody	+	-	-
k) Sprawdzenie nieobecności wolnego chloru	+	-	-
Znak + oznacza badanie, które należy przeprowadzić. Znak - oznacza badanie, którego się nie przeprowadza.			

Badanie niepełne należy wykonywać przy kontroli każdej partii produktu, natomiast badania pełne wykonywać co najmniej 1 raz na kwartał.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny lub autocysterny oraz najwyżej 200 opakowań napełnionych z jednego zbiornika magazynowego.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500.

Próbki należy pobierać z każdej cysterny.

Z partii produktu w bębnach lub innych opakowaniach transportowych, w zależności od jej liczności, należy wybrać do pobierania próbek, w sposób losowy, liczbę opakowań wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań jednostkowych w partii sztuk	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek sztuk
do 5	3
6 ÷ 25	5
26 ÷ 63	7
64 ÷ 160	8
161 ÷ 200	9

Próbki z cystern i bębnow należy pobierać w stanie ciekłym, z całej grubości warstwy, próbnikiem 2 lub 9 wg PN-74/C-60008.

U producenta dopuszcza się pobieranie próbek w czasie napełniania opakowań w sposób ciągły, z kureka probierczego lub ze zbiornika przed napełnieniem opakowań, z całej wysokości słupa cieczy.

Próbka ogólna powinna wynosić co najmniej 1000 ml.

W przypadku gdyby łączna objętość próbek pierwotnych była mniejsza niż 1000 ml, należy odpowiednio zwiększyć liczbę próbek pierwotnych. Próbkę ogólną, po wymieszaniu, należy podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą odpowiednio oznakowaną przechowywać w dobrze zamkniętym opakowaniu do analizy kontrolnej w ciągu 3 miesięcy od daty produkcji.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych wykonać wizualnie w cylindrze ze szkła bezbarwnego, obserwując badaną próbkę w świetle przechodzącym nie uzbrojonym okiem. Wygląd próbki powinien być zgodny z 3.1.

5.4.2. Oznaczanie gęstości wykonać areometrem wg PN-81/C-04504. W przypadku spienienia się produktu, próbkę należy odgazować przez ogrzanie lub umieszczenie pod zmniejszonym ciśnieniem.

5.4.3. Oznaczanie barwy wykonać wg PN-84/C-04534/02 metodą spektrofotometryczną. Stosować filtr o długości fali 450 nm, i grubości warstwy pochłaniającej 10 mm oraz jako roztwór porównawczy wodę destylowaną.

W przypadku spienienia się produktu, próbkę należy odgazować jak w 5.4.2.

Krzywą wzorcową wykreślić do 30 jednostek w skali jodowej.

5.4.4. Oznaczanie zawartości związanego chloru metodą A (metoda arbitrażowa)

5.4.4.1. Zasada metody. Metoda polega na spalaniu próbki badanej chloroparafiny w atmosferze tlenu, absorpcji produktów spalania i oznaczaniu w nich zawartości chloru metodą miareczkową.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4.4.2. Aparatura i materiały

a) Bibuła w kształcie i wymiarach wg PN-83/C-89045 rys. 1a), wycięty z sączka ilościowego.

b) Kolba wg PN-83/C-89045 p. 3b), z tym że stosować drut platynowy o średnicy $1,2 \div 1,4$ mm (według uznania).

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Azotan rtęciawy cz.d.a., roztwór o stężeniu $c\left(\frac{1}{2} \text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2\right) = 0,05 \text{ mol/l}$ (0,05 N). Odważyć 14 g

azotanu rtęciawego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w zlewce w 20 ml roztworu kwasu azotowego wg poz. d) przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 l, popłukując zlewkę wodą, dodać kilka kropel rtęci, dopełnić do kreski wodą, dokładnie wymieszać, przelać do butelki ze szkła oranżowego i odstawić na 2-3 doby. Po upływie tego czasu ustalić stężenie roztworu azotanu rtęciawego w następujący sposób: odważyć około 0,1 g chlorku potasowego wg poz. b), z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 300 ml w 50 ml wody, dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego wg poz. d) i miareczkować przy ciągłym mieszaniu roztworem azotanu rtęciawego, dodając pod koniec miareczkowania (na 1 ml przed uzyskaniem punktu równoważnikowego) 0,3 ml roztworu dwufenylokarbazonu wg poz. c).

W punkcie równoważnikowym zachodzi wyraźna zmiana barwy z błękitnej na niebieskofioletową.

Stężenie (c) roztworu azotanu rtęciawego w mol/l obliczyć wg wzoru

$$c = \frac{m \cdot 1000}{74,555 \cdot V} \quad (1)$$

w którym:

m — masa odważki chlorku potasowego, g,

V — objętość roztworu azotanu rtęciawego, użytego do miareczkowania, ml,

1000 — współczynnik przeliczeniowy ml na l,

74,555 — masa molowa chlorku potasowego, g/mol.

b) Chlorek potasowy ch.cz., wyprażony w platynowej parownicy do stałej masy w temperaturze $500 \div 600^\circ\text{C}$.

c) Dwufenylokarbazon przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.5.5.

d) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25%(m/m) nie zawierający tlenu azotu, przygotowany następująco: do roztworu kwasu azotowego dodawać kroplami, przy ciągłym mieszaniu, roztwór nadmanganianu potasowego wg poz. e) do uzyskania intensywnego zabarwienia, które usunąć przez dodanie kroplami 3%(m/m) roztworu nadtlenu wodoru.

e) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 3%(m/m).

f) Nadtlenek wodoru cz., roztwór 30%(m/m) i roztwór 3%(m/m).

g) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).

h) Tlen sprężony T I wg PN-70/C-84910.

5.4.4.4. Wykonanie oznaczania. Do naczynka wagowego wlać około 6 ml uprzednio wymieszanej próbki

badanej chloroparafiny, włożyć niewielki pręcik szklany i zważyć całość z dokładnością do 0,0002 g. Następnie na bibułę o kształcie i wymiarach wg 5.4.4.2a) przenieść pręcikiem z naczynka wagowego około 2 — 3 krople badanej chloroparafiny 40 ($0,02 \div 0,04$ g).

Pręcik włożyć do naczynka wagowego i całość ponownie zważyć z tą samą dokładnością.

Masę odważki należy obliczyć z różnicy masy naczynka wagowego przed i po pobraniu próbki chloroparafiny.

Bibułę złożyć wg PN-83/C-89045 rys. 1b), c) i d) i umieścić w platynowej spirali lub koszyczku w taki sposób, aby pasek bibuły wystawał na zewnątrz. Do kolby wlać 100 ml wody, 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego i 0,15 ml roztworu 30%(m/m) nadtlenu wodoru.

Do kolby wprowadzać przez rurkę szklaną tlen w ciągu 5 min, przy szybkości przepływu $250 \div 350$ ml/min. Następnie zapalić wystający pasek bibuły, całość szybko umieścić w kolbie i zamknąć ją tychmiast korkiem. Kolbę należy ostrożnie obracać w taki sposób, aby ciecz zakrywała dno korka. Po zakończeniu spalania zawartość kolby łagodnie wytrząsać do całkowitego pochłonięcia produktów spalania, następnie kolbę odwrócić i ochłodzić pod strumieniem zimnej wody w ciągu 15 min, wytrząsając od czasu do czasu. Po zakończeniu absorpcji otworzyć kolbę, korek i koszyczek lub spiralę obmyć małą ilością wody, do kolby dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego i miareczkować roztworem azotanu rtęciawego, dodając pod koniec miareczkowania (na 1 ml przed uzyskaniem punktu równoważnikowego) 0,3 ml roztworu dwufenylokarbazonu (wskaźnika) do uzyskania niebieskofioletowego zabarwienia.

Zawartość związanego chloru (X_1) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot c \cdot 35,46}{m \cdot 1000} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotanu rtęciawego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

c — stężenie roztworu azotanu rtęciawego, mol/l,

m — masa odważki badanej chloroparafiny, g,
35,46 — masa molowa chloru, g.

5.4.4.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż 0,3%(m/m).

5.4.5. Oznaczanie zawartości związanego chloru metodą B

5.4.5.1. Zasada metody — jak w 5.4.4.1.

5.4.5.2. Aparatura i materiały — wg 5.4.4.2a) i b).

5.4.5.3. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.1.

b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$.

c) Nadtlenek wodoru cz., roztwór 30%(m/m).

d) Nitrobenzen cz.

e) Tiocyjanian amonowy cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.2.

f) Siarczan amonowo-żelazowy $(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O})$ cz.d.a., roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.10.8.

g) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).

h) Tlen sprężony T I wg PN-70/C-84910.

5.4.5.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę badanej chloroparafiny odważyć i spalić wg 5.4.4.4. Po ochłodzeniu kolby pod strumieniem zimnej wody, kolbę otworzyć, korek i koszycek lub spiralę obmyć małą ilością wody, dodać 2,5 ml roztworu kwasu azotowego, 15 ml roztworu azotanu srebra, 3 krople siarczanu amonowo-żelazowego, 1 ml nitrobenzenu i miareczkować roztworem tiocyjanianu amonowego do zmiany barwy (od 1 kropli na kolor żółty).

Zawartość związanego chloru (X_2) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,003546}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotanu srebra o stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$ dodanego do badanej próbki, ml,

V_1 — objętość roztworu tiocyjanianu amonowego o stężeniu $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania nadmiaru jonów srebra, ml,

m — masa odważki badanej chloroparafiny, g,

0,003546 — ilość chloru odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,3%(m/m).

5.4.6. Oznaczanie lepkości wykonać wg PN-78/C-04019 w temperaturze 20°C. Stosować kulkę nr 5.

5.4.7. Oznaczanie stabilności

5.4.7.1. Zasada metody. Metoda polega na ogrzewaniu próbki badanej chloroparafiny w temperaturze 175°C, absorpcji wydzielonego chlorowodoru w roztworze wodorotlenku sodowego i odmiareczkowaniu nadmiaru wodorotlenku sodowego roztworem kwasu solnego.

5.4.7.2. Aparatura i przyrządy (rysunek)

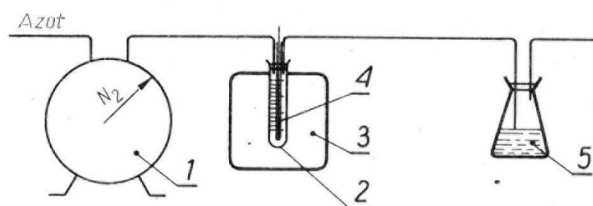
a) Gazomierz laboratoryjny (1).

b) Probówka o średnicy wewnętrznej 30÷50 mm (2).

c) Termostat (3).

d) Termometr o zakresie pomiarowym do 200°C, o działce elementarnej 1°C (4).

e) Kolba stożkowa pojemności 200 ml (5).



BN-89/6025-03

5.4.7.3. Odczynniki i roztwory

a) Azot sprężony gatunku I wg PN-71/C-84912.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.1.

c) Olej parafinowy cz.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.

e) Wskaźnik mieszany przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.4.4.

5.4.7.4. Wykonanie oznaczania. Aparaturę zestawić jak na rysunku.

W probówce (2) umieścić 20 g badanej chloroparafiny, odważonej z dokładnością do 0,02 g i 20 g oleju parafinowego. Probówkę zamknąć korkiem, przez który przechodzą dwie rurki szklane pod kątem prostym oraz termometr (4). Rurkę szklaną sięgającą do dna probówki połączyć z węzłem doprowadzającym azot, a rurkę krótszą, sięgającą 10 mm poniżej korka, połączyć z kolbą stożkową (5). Do kolby stożkowej (5) odmierzyć 50 ml roztworu wodorotlenku sodowego oraz 0,1 ml wskaźnika mieszanego. Probówkę z badaną chloroparafina umieścić w termostacie (3) i ogrzewać do temperatury 175°C. Po osiągnięciu żądanej temperatury, przepuszczać azot przez gazomierz (1), badaną chloroparafina i kolbę stożkową z roztworem wodorotlenku sodowego z szybkością 12 l/h, utrzymując temperaturę 175°C w ciągu 4 h. Wydzielający się z chloroparafiny chlorowódor jest pochłaniany w kolbie stożkowej w roztworze wodorotlenku sodowego. Nadmiar wodorotlenku sodowego odmiareczkować roztworem kwasu solnego do zmiany barwy z zielonej na fioletowoczerwoną.

Stabilność chloroparafiny (X_3) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0036465}{m} \cdot 100 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,36465}{m} \quad (4)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do oznaczania, ml,

V_1 — objętość roztworu kwasu solnego o stężeniu $c(\text{HCl}) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania nadmiaru wodorotlenku sodowego, ml,

m — masa odważki badanej chloroparafiny, g,

0,0036465 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.7.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,05% (m/m).

5.4.8. Oznaczanie zawartości substancji lotnych. W naczyniu wagowym o średnicy 40 mm i wysokości 40 mm, uprzednio wysuszonym do stałej masy w temperaturze 130°C, odważyć około 20 g badanej chloroparafiny z dokładnością do 0,0002 g.

Naczynko z odważoną chloroparafiną umieścić na 2 h w suszarce w temperaturze 130°C. Po ostudzeniu w eksykatorze zważyć.

Zawartość substancji lotnych (X_4) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

m — masa odważki badanej chloroparafiny, g.

m_1 — masa chloroparafiny po wysuszeniu, g.

Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,05% (m/m).

5.4.9. Oznaczanie zawartości kwasów

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerochlorek węgla cz.d.a.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, przygotowany przez rozcieńczenie roztworu wg 5.4.7.3d).

c) Woda destylowana przygotowana wg PN-89/C-06500 p. 2.2.148 i sprawdzona wobec wskaźnika mieszanego.

d) Wskaźnik mieszany przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.4.4.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 300 ml odważyć około 10 g badanej chloroparafiny z dokładnością do 0,01 g, dodać 20 ml czterochloru węgla, a następnie 100 ml wody i wymieszać. Przenieść zawartość kolby do lejka rozdzielczego pojemności 250 ml, energicznie wytrząsać w ciągu 1 min i pozostawić do rozdzielania warstw, po czym dolną warstwę należy odrzucić, a górną przenieść do tej samej kolby stożkowej i dodać 4-5 kropel wskaźnika mieszanego.

Jeżeli zabarwienie wyciągu będzie zielone, chloroparfina nie zawiera kwasów. W przypadku gdy po dodaniu wskaźnika mieszanego wyciąg wodny zabarwi się na kolor fioletowoczerwony, należy miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia na zielone.

Zawartość kwasów (X_5) w przeliczeniu na HCl obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_5 = \frac{V \cdot 0,00036465}{m} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania wyciągu wodnego, ml,

m — odważka badanej chloroparafiny, g.

0,00036465 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.9.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,002% (m/m).

5.4.10. Oznaczanie zawartości składników nierozpuszczalnych w tróchloroetylenie wykonać wg PN-82/C-97057, z tym że zamiast benzenu lub toluenu, zastosować tróchloroetylen.

Do oznaczania odważyć 50 g badanej chloroparafiny.

5.4.11. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-81/C-04959 p. 2.6.2.

Do rozpuszczania próbki zastosować mieszaninę chloroformu i metanolu (3+1).

Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml wprowadzić około 15 ml mieszaniny rozpuszczalników. Kolbę z zawartością zważyć z dokładnością do 0,0001 g, następnie dodać około 25 g chloroparafiny i ponownie zważyć z tą samą dokładnością.

Zawartość kolby lekko zamieszać ruchem okrężnym w celu rozpuszczenia się chloroparafiny, następnie uzupełnić zawartość kolby rozpuszczalnikami do kreski i dokładnie wymieszać.

Do oznaczania pobrać 10 ml roztworu zważonego z dokładnością do 0,0001 g. Równocześnie wykonać oznaczanie wody w mieszaninie rozpuszczalników.

5.4.12. Sprawdzenie nieobecności wolnego chloru

5.4.12.1. Odczynniki i roztwory

a) Benzen cz.d.a.

b) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór alkoholowy 10% (m/m). 10,00 g jodku potasowego rozpuścić w jak najmniejszej ilości wody destylowanej i uzupełnić do 100 g alkoholem etylowym.

c) Skrobia cz., roztwór 1% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.61.

d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. Do lejka rozdzielczego pojemności 100 ml odważyć 10 g badanej chloroparafiny z dokładnością do 0,01 g. Dodać 30 ml benzenu, wytrząsać, następnie dodać 2 ml roztworu jodku potasowego i wytrząsać. Następnie dodać 2 ml świeżo przyrządzonego roztworu skrobi i wytrząsać.

Jeżeli warstwa dolna zabarwi się, spuścić ją do kolby stożkowej pojemności 25 ml i miareczkować z mikrobiurety roztworem tiosiarczanu sodowego.

Jeżeli roztwór odbarwi się od jednej kropli tiosiarczanu sodowego, produkt odpowiada wymaganiom normy.

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

5.6. Zaświadczenie o jakości produktu. Dla każdej

partii produktu uznanej za zgodną z wymaganiami normy, należy wystawić i przelać odbiorcy zaświadczenia stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA, Zakłady Chemiczne OŚWIĘCIM.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/6025-03

a) uwzględniono tylko chloroparafinę 40, ponieważ chloroparafiny 10 już się nie produkuje,

b) zamiast dwóch odmian (A i B), wprowadzono 3 gatunki (S, I, II),

c) wprowadzono spektrofotometryczną metodę oznaczania barwy,

d) zmieniono metodę oznaczania zawartości wody — zamiast metody destylacyjnej wprowadzono metodę Fischera,

e) zaktualizowano postanowienia dotyczące pakowania i transportu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-78/C-04019 Oznaczanie lepkości dynamicznej lepkościomierzem Hopplera

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-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)

PN-81/C-04530/03 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach strąceniowych

PN-84/C-04534/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali jodowej

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

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-70/C-84910 Tlen sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-83/C-89045 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie zawartości chloru w polimerach i kopolimerach chlorku winylu

PN-82/C-97057 Produkty węglowodórne. Oznaczanie składników nierozpuszczalnych w benzenie lub toluenie

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

BN-73/6411-03 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Bębny z poliolefin. Wymagania i badania

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

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., nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

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

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

4. Normy międzynarodowe i zagraniczne

RWPG PC 4547-74 Хлорпарафины жидкие

CSRS ČSN 65 7102 Chlorovany parafin 40

NRD TGL 18578 Blatt 1 Chloroparaffin WP 42

5. Kod Towarowo-Materiałowy (KTM)

— w cysternach 1282130025021,

— w bębnach 1282130025019.

6. Autorzy projektu normy — Zespół autorski z Zakładów Chemicznych OŚWIĘCIM.