

METODYKA POSTĘPOWANIA Z NIEOPISANYMI
ODCZYNNIKAMI CHEMICZNYMI PRZEZNACZONYMI
DO UTYLIZACJI LUB ELIMINACJI

ANDRZEJ SKIBIŃSKI¹, TEOFIL KOROLEWICZ², JACEK MAJEWSKI¹,
MAŁGORZATA MAJKA³, ANDRZEJ RAJCA¹, MARIAN TUREK²,

¹ Politechnika Śląska, Instytut Chemii i Technologii Organicznej, ul. Krzywoustego 4, 44-100 Gliwice,

² Politechnika Śląska, Instytut Chemii i Technologii Nieorganicznej, ul. Krzywoustego 6, 44-100 Gliwice,

³ Uniwersytet Jagielloński, Wydział Chemii, ul. Ingardena 3, 80-060 Kraków.

Keywords: chemical reagents, wastes, identification, utilisation, elimination of chemical wastes.

METHODOLOGY OF PROCEEDING WITH UNLABELLED REAGENTS AND
CHEMICALS DESIGNED FOR UTILISATION OR ELIMINATION

A procedure has been proposed for proceeding with homogeneous chemicals being technical products or reagents stored in unlabelled packages, in order to classify these substances to particular categories of wastes. A series of simple tests belonging to a classical analysis of chemical compounds, complemented with instrumental methods in needed cases has been proposed.

The requirements have been established for equipment and necessary qualification of personnel in a laboratory in which identification is to be carried out. Attention has been drawn to risk accompanying this procedure and necessary precautions, which should be undertaken, especially due to possible explosive, inflammable and toxic properties of these substances. The worked out procedure was verified in tests and applied during cleaning the central chemical storage rooms.

Streszczenie

Zaproponowano metodykę postępowania z jednorodnymi związkami chemicznymi, będącymi produktami technicznymi lub odczynnikami chemicznymi, znajdującymi się w nieopisanych opakowaniach, mającą na celu zakwalifikowanie takich związków do odpowiednich kategorii substancji odpadowych. Wykorzystano serię prostych eksperymentów, zaliczanych do klasycznej analizy związków chemicznych, uzupełnioną w koniecznych przypadkach analizą metodami instrumentalnymi. Określono wymogi dotyczące wyposażenia laboratorium, w którym przeprowadzana jest identyfikacja oraz niezbędne kwalifikacje personelu. Zwrócono uwagę na zagrożenia i określono środki ostrożności przy postępowaniu z badanymi substancjami, ze szczególnym uwzględnieniem właściwości wybuchowych, palnych i trujących. Opracowana metodyka została sprawdzona w badaniach testowych oraz zastosowana w pracach porządkowych w centralnym magazynie odczynników chemicznych Politechniki Śląskiej.

WPROWADZENIE

Problem identyfikacji substancji chemicznych znajdujących się w magazynach odczynników chemicznych i laboratoriach jest znany od dawna. Dotyczy on odczynników

chemicznych przeterminowanych, częściowo zużytych, niejednoznacznie opisanych lub pozbawionych etykiet i występuje szczególnie w trakcie prowadzenia prac porządkowych i zmniejszaniu zapasów magazynowych. Badania ankietowe wykazały, że tylko na wydziałach chemicznych polskich wyższych uczelni znajduje się powyżej pięćset ton takich substancji, przy czym znaczna część znajduje się w opakowaniach pozbawionych etykiet i w ilościach od kilku gramów do kilkuset kilogramów. Wiele z nich, to substancje agresywne chemicznie lub silnie toksyczne stanowiące potencjalne zagrożenie ekologiczne jak i stwarzające poważne niebezpieczeństwo w przypadku nieumiejętnego obchodzenia się z nimi np. łączenia różnych substancji w trakcie utylizacji lub eliminacji. Koszty utylizacji lub eliminacji nieopisanych substancji przez nieliczne w kraju wyspecjalizowane firmy wynoszą kilkaset złotych za kilogram. Oznacza to, że koszty utylizacji takich substancji przewyższają znacznie budżety wielu instytucji naukowych. Ponieważ instytucje te dysponują kadrą wysokiej klasy doświadczonych chemików i niezbędnymi przyrządami analitycznymi, możliwe jest dokonanie identyfikacji takich substancji we własnym zakresie w stopniu umożliwiającym ich bezpieczną utylizację lub eliminację przy znacznie niższych kosztach.

Konieczne stało się zatem opracowanie metodyki, która pozwalałaby nawet w przeciętnie wyposażonym laboratorium chemicznym, spełniającym wymogi bezpiecznej pracy, przeprowadzenie prostych, tanich prób umożliwiających określenie klasy związku i zakwalifikowanie nieznannej substancji do jednej z grup odpadów zaproponowanych w ramach wdrażanego na wydziałach chemicznych wyższych uczelni systemu zbierania i gromadzenia odpadów [4]. Informacje te pozwalają na określenie dalszego postępowania, ocenę ryzyka związanego z mieszaniami różnych substancji w ramach danej grupy odpadów oraz ryzyka związanego z utylizacją lub eliminacją badanej substancji.

W zaproponowanej metodyce do klasyfikacji związków wykorzystano serie prostych eksperymentów zaliczanych do kanonu klasycznej analizy związków chemicznych. Jedynie w niektórych przypadkach, celem ograniczenia występującego ryzyka, zaproponowano zastosowanie metod instrumentalnych. W większości przypadków uzyskane wyniki pozwalają z dużą pewnością zaliczyć analizowane substancje do proponowanych w pozycji literaturowej [4] grup odpadów tj. do odpadów: ciekłych organicznych bez fluorowców (O), ciekłych organicznych zawierających fluorowce (F), stałych palnych (P), stałych niepalnych (N), bardzo toksycznych, palnych (TP), bardzo toksycznych, niepalnych (TN), roztworów wodnych soli o pH od 6 do 8 (S) oraz rtęci i jej związków (R). Podział na 8 grup odpadów wynika z konieczności użycia różnych sposobów postępowania przy gromadzeniu i przechowywaniu odpadów chemicznych należących do różnych grup, w tym substancji silnie toksycznych i niebezpiecznych oraz zastosowaniu zróżnicowanych metod postępowania podczas ich bezpiecznej utylizacji lub eliminacji. Wzorowano się na funkcjonujących systemach zbierania odpadów chemicznych w uczelniach zachodnioeuropejskich, szczególnie niemieckich, uwzględniając jednak obowiązujące w Polsce regulacje prawne [7, 16], wymagania firm dokonujących utylizacji odpadów oraz konieczności dostosowania systemu gromadzenia odpadów do warunków panujących

w polskich placówkach badawczych i uczelniach. Przy przyporządkowywaniu związków chemicznych do poszczególnych grup, szczególnie TP i TN, wykorzystano wytyczne Ministerstwa Zdrowia i Opieki Społecznej [11, 16], międzynarodowe oznaczenia bezpieczeństwa stosowane przez producentów odczynników chemicznych oraz informacje dostępne w fachowej literaturze chemicznej.

Badania nieznanymi substancjami chemicznymi, często niewiadomego pochodzenia, są pracą potencjalnie bardzo niebezpieczną. Dlatego prace należy powierzać jedynie doświadczonym chemikom, przy zapewnieniu odpowiednich środków ochrony. Prace te muszą być wykonywane zgodnie z wszelkimi przepisami BHP i w myśl zasady, że każda badana substancja jest potencjalnie niebezpieczną dopóki nie udowodni się, iż nie stwarza ona zagrożenia.

W związku z tym, wymagane jest podjęcie odpowiednich przedsięwzięć organizacyjnych do których należą:

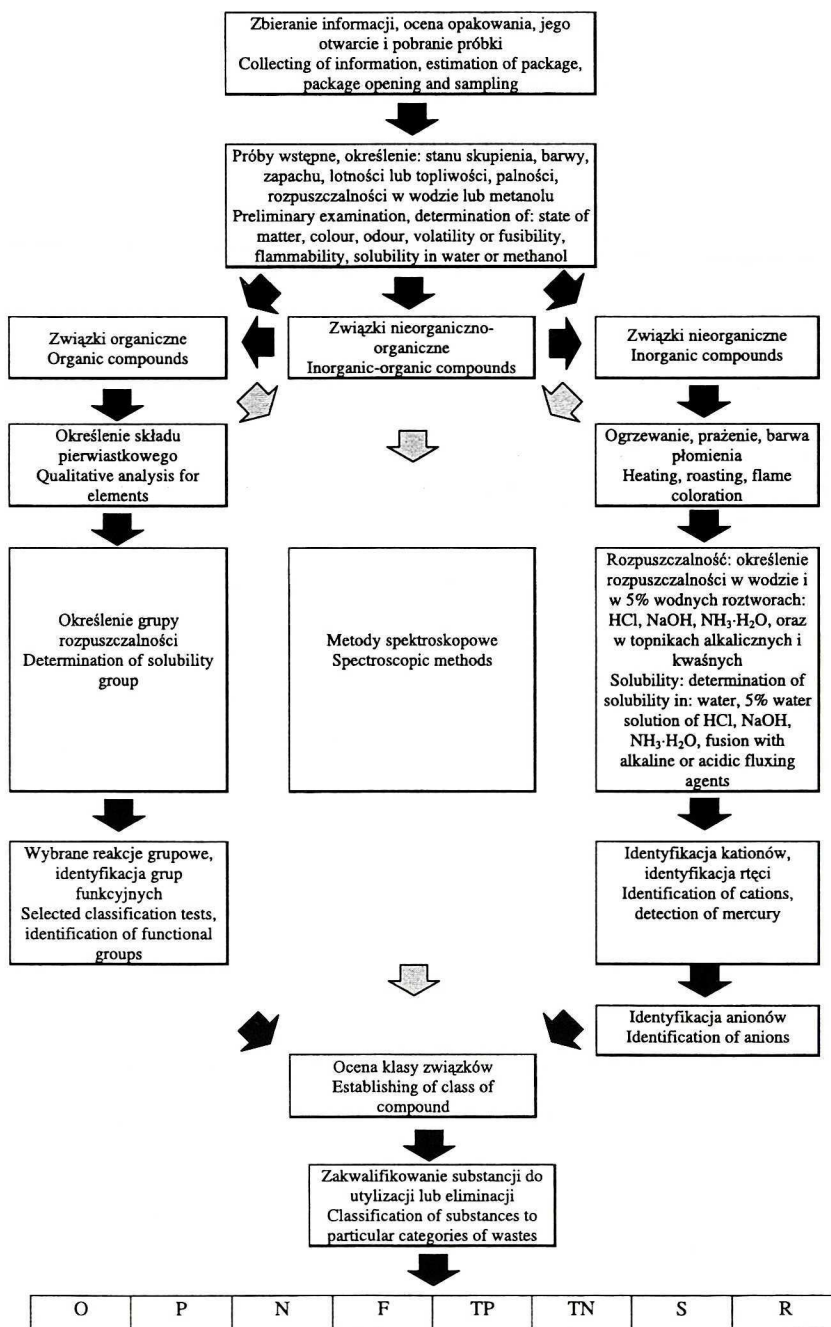
POWOŁANIE ZESPOŁU ANALITYCZNEGO

W skład zespołu powinno wchodzić 2 lub 3 wykwalifikowanych chemików o dużym doświadczeniu analitycznym i z dużą praktyką chemiczną w laboratoriach badawczych, posiadających różne specjalizacje, np.: organiczną, nieorganiczną lub analityczną. Osoby te, powinny być świadome zagrożeń związanych z pracą z substancjami o bardzo niebezpiecznych właściwościach np. trujących, wybuchowych, palnych oraz zagrożeń powstałych w trakcie czynności analitycznych np. otwierania opakowań i pobierania próbek.

WYPOSAŻENIE STANOWISKA PRACY

Miejsce pracy, które będzie przeznaczone do identyfikacji związków zawartych w nieopisanych opakowaniach, musi spełniać normy pracy ze związkami silnie toksycznymi i wybuchowymi. W skład wyposażenia musi wchodzić bardzo sprawny wyciąg zaopatrzone w ekrany zabezpieczające, urządzenia do bezpiecznego zniszczenia trudnego do otwarcia opakowania, tace zapobiegające rozlaniu lub rozsypaniu się związków pod wyciągiem, urządzenia pozwalające na szczelne zamknięcie badanego opakowania i odizolowania go od środowiska np. eksykatory o takiej pojemności, aby można było wprowadzić tam całe opakowanie i z możliwością wprowadzenia do nich gazu inertnego, łaźnie oziębiające. Stanowisko musi być wyposażone w środki ochrony ppoż. (gaśnice, koce ppoż., piasek), środki ochrony osobistej (fartuchy, okulary, maski zasłaniające twarz, rękawice, fartuchy gumowe, ewentualnie obuwie ochronne, maski gazowe, aparaty do oddychania), dobrze zaopatrzoną apteczkę.

Metodykę postępowania z substancjami chemicznymi znajdującymi się w opakowaniach ze zniszczonymi etykietami przedstawiono na rysunku 1, a jej elementy omówiono poniżej.



Rys. 1. Metodyka postępowania z nieopisanymi substancjami chemicznymi
Methodology of proceeding with unlabelled chemicals

ZBIERANIE INFORMACJI O PRZEZNACZENIU SUBSTANCJI, ZACHOWANYCH NA OPAKOWANIU ORAZ O MIEJSCU PRZECHOWYWANIA

Informacje te, mają wpływ na ocenę ryzyka związanego z manipulacją i otwarciem opakowania oraz przeprowadzanymi w dalszym etapie próbami wstępnymi. Szczególnie istotne jest, czy badana substancja nie pochodziła z magazynu trucizn lub materiałów wybuchowych lub była wykorzystywana w pracach o dużym stopniu zagrożenia. Pomocne są wszelkie informacje zachowane na opakowaniu np. fragmenty nazwy, producent, numer katalogowy, symbole bezpieczeństwa, itp.

OKREŚLENIE RODZAJU OPAKOWANIA I PRZYBLIŻONEJ MASY (OBJĘTOŚCI) ODCZYNNIKA

Należy zwrócić uwagę na rodzaj opakowania i sposób jego zamknięcia. Pozwala to, na opracowanie sposobu jego otwarcia i ocenę związanego z tą czynnością ryzyka, a także umożliwi wyrobienie sobie wstępnego poglądu na rodzaj zawartej w danym opakowaniu substancji. Rodzaje opakowań handlowych przedstawiono w tabeli 1.

Masę odczynnika szacuje się na podstawie wagi opakowania wraz z jego zawartością, objętość na podstawie pojemności opakowania.

OTWARCIE OPAKOWANIA I POBRANIE PRÓBKII ODCZYNNIKA

Otwarcie opakowania i pobranie próbki odczynnika należą do najbardziej niebezpiecznych czynności. Należy założyć, że dopóki substancja nie zostanie zidentyfikowana to należy ją traktować jako wysoce toksyczną i niebezpieczną a wszelkie operacje muszą być przeprowadzane z zachowaniem największej ostrożności. Podczas tych operacji, należy przewidzieć możliwość eksplozji wrażliwych na uderzenia substancji, zapalenia się zawartości po otwarciu opakowania, rozerwania opakowania spowodowanego nagromadzeniem się w nim gazów powstałych w wyniku hydrolizy lub rozkładu zawartości opakowania z wydzielaniem wodoru, tlenu lub halogenowodorów. Listę potencjalnie niebezpiecznych związków są dostępne w pozycji literaturowej [15].

Po otwarciu opakowania pobiera się do przygotowanego, szczelnie zamykanego pojemnika około 5 g próbki, którą poddaje się dalszej analizie.

PRÓBY WSTĘPNE

Celem wykonywanych prób wstępnych jest zakwalifikowanie odczynnika do substancji nieorganicznych lub organicznych lub nieorganiczno-organicznych (soli, kompleksów).

OKREŚLENIE JEDNORODNOŚCI PRÓBKII, STANU SKUPIENIA, EWENTUALNEJ POSTACI KRYSTALICZNEJ, GĘSTOŚCI CIECZY, BARWY, ZAPACHU

Porównanie powyższych informacji z danymi zawartymi w ogólnie dostępnych poradnikach [6], może w wielu przypadkach dostarczyć cennych wskazówek ułatwiających identyfikację badanej substancji lub zaklasyfikowanie jej do odpowiedniej klasy związków.

Należy zwrócić uwagę na jednorodność próbki, a szczególnie odczynników pochodzących z laboratorium, które mogą zawierać niebezpieczne środki suszące (sód, wodorki

Tabela 1. Rodzaje opakowań częściej spotykanych substancji chemicznych
Types of package often used for chemicals

Rodzaj opakowania Type of package	Zawartość Type of substance or chemical
<i>Podwójne Double</i>	
Skrzynka drewniana (sklejka) lub puszka metalowa i opakowanie szklane (butelka, zatopiona fiolka) Wooden (plywood) box or metal container and glass container (bottle, sealed vial)	Substancje niebezpieczne takie jak: stężone kwasy, halogenki lub bezwodniki kwasowe, ciecze o niskich temperaturach wrzenia, żrące, brom, siarczany alkilowe, substancje o bardzo nieprzyjemnym zapachu (merkaptany) lub o własnościach silnie toksycznych lub kancerogennych (epichlorohydryna) Hazardous substances like: concentrated acids, acyl halides or anhydrides, liquids of low boiling points, caustic, bromine, alkyl sulphates, substances of very disagreeable odour (mercaptans) or of strongly toxic or carcinogenic properties (epichlorohydrin)
Szklana, zatopiona fiolka w siatce metalowej, często w pudełku tekturowym Glass sealed vial in a metal gauze, often in cardboard box	Substancje o niskich temperaturach wrzenia, np. metyloaminy, niektóre halogenki alkilowe Substances of low boiling points e.g. methylamines, some alkyl halides
Beczka drewniana lub tekturowa i worek foliowy Wooden or cardboard barrel and film bag	Wodorotlenki nieorganiczne, sole nieorganiczne Inorganic hydroxides, inorganic salts
<i>Pojedyncze Single</i>	
Metalowy pojemnik ciśnieniowy Metal pressure vessel	Substancje o niskich temperaturach wrzenia: alkanany i alkeny o małych masach cząsteczkowych, tlenek etylenu Substances of low boiling points: alkanes and alkenes of low molecular mass, ethylene oxide
Puszka metalowa szczelnie zamykana lub lutowana Metal box hermetic sealed or soldered	Substancje reagujące z wodą w sposób bardzo gwałtowny: metale, amidki, wodorki Substances reacting with water vigorously: metals, amides, hydrides
Słoik szklany lub plastikowy, szklana butelka Glass or plastic jar, glass bottle	Substancje o różnym stopniu zagrożenia i szkodliwości Substances of various step of risk and harmfulness
Szklana, zatopiona fiolka na ogół w dodatkowym opakowaniu tekturowym Glass sealed vial, usually in additional cardboard package	Substancje o niskich temperaturach wrzenia lub o nieprzyjemnym zapachu: niektóre aminy lub ich wodne roztwory Substances of low boiling temperatures and disagreeable odour: some amines or their water solutions
Beczka metalowa Metal barrel	Rozpuszczalniki organiczne, ropopochodne, smary Organic solvents, oil derivatives, greases
Balon szklany, beczka plastikowa Glass balloon, plastic barrel	Rozpuszczalniki organiczne, kwasy nieorganiczne, kwas octowy Organic solvents, inorganic acids, acetic acid
Worek papierowy lub foliowy Paper or film bag	Nieszkodliwe lub mało szkodliwe sole nieorganiczne, nawozy Harmless or low harmful inorganic salts, fertilisers

metali, P_2O_5). Gęstość cieczy określa się w sposób przybliżony przez zważenie odmierzonej objętości (5 lub 10 cm^3) cieczy lub dla cieczy nierozpuszczalnej w wodzie przez porównanie jej gęstości z gęstością wody (gęstość cieczy mniejsza, zbliżona lub większa od wody). Informacja o barwie lub zmianie zabarwienia (ciemnienie) próbki na powietrzu w pewnym przedziale czasu, może również dostarczać cennych wskazówek o samym związku lub o jego trwałości. Należy bardzo ostrożnie określać zapach próbki i unikać tego spo-

sobu identyfikacji w przypadku jakichkolwiek podejrzeń, że związek ma własności toksyczne. Wiele związków, szczególnie organicznych ma charakterystyczny zapach (niższe homologi estrów, ketonów, aldehydów, alkoholi, nitryli, węglowodorów alifatycznych, aromatycznych, fenoli), pozwalający na ogół trafnie zakwalifikować badaną substancję do odpowiedniej klasy związków.

Następnie, z analizowanej próbki pobiera się do zamykanych korkami próbek niewielkie ilości substancji (0,2–0,5 g) i przeprowadza dalszą identyfikację.

ROZPUSZCZALNOŚĆ W WODZIE (METANOLU LUB IZOPROPANOLU)

Określa się łatwość rozpuszczania, barwę, pH otrzymanego roztworu, reakcję z wodą. W przypadku domniemania możliwości zachodzenia gwałtownej reakcji z wodą bezpieczniej jest przeprowadzić rozpuszczenie w metanolu lub izopropanolu.

Obserwuje się zachowanie próbki po dodaniu wody (metanolu lub izopropanolu) w temperaturze pokojowej i w temperaturze podwyższonej, czy wydzielają się gazy i jaki jest ich charakter chemiczny (obojętny, kwaśny, zasadowy), łatwość zachodzenia reakcji z wodą. Należy zwrócić uwagę, że podobnie jak jednorodnie chemicznie substancje zachowują się roztwory niektórych substancji gazowych w rozpuszczalnikach organicznych (fosgen, diazometan, itp.).

PRÓBA SPALANIA

Dokonuje się oceny zmian zachodzących podczas ogrzewania substancji. Określa się, czy substancja ulega stopieniu bądź wrze w niskiej czy podwyższonej temperaturze, czy też nie topi się bądź nie wrze w trakcie intensywnego ogrzewania, a także czy podczas ogrzewania zachodzi rozkład substancji (wydzielanie wody, destrukcja związku). Następnie dokonuje się oceny palności: czy substancja pali się gwałtownie (silne utleniacze, związki polinitrowe i inne substancje o charakterze wybuchowym), czy jest palna po wyjęciu z płomienia (duża liczba atomów węgla), czy gaśnie po wyjęciu z płomienia (duża liczba heteroatomów lub halogenków), czy jest częściowo palna (pozostaje niepalna pozostałość – związki nieorganiczno-organiczne), niepalna (głównie związki nieorganiczne). Równocześnie obserwuje się barwę płomienia (jasna – związki nasycone, niebieskawa – obecność tlenu w cząsteczce, płomień kopcający – obecność wiązań wielokrotnych, układów aromatycznych). W przypadku substancji częściowo palnych lub niepalnych ocenia się rozpuszczalność pozostałości po próbie spalania w wodzie i określa pH roztworu oraz obecność metalu ciężkiego. Próba ta, pozwala w prosty sposób zaseregować badaną substancję do grupy związków nieorganicznych lub organicznych lub nieorganiczno-organicznych. W przypadku tych ostatnich, należy wykonać próby rozpuszczalności substancji wyjściowej w 5% kwasie solnym i 5% wodnym roztworze wodorotlenku sodu. Pozwala to stwierdzić, czy mamy do czynienia z solą prostych kwasów organicznych i metali ciężkich, które analizuje się jak związki nieorganiczne, czy z solami zawierającymi złożony fragment organiczny, które analizuje się jak związki organiczne.

UPROSZCZONA ANALIZA ZWIĄZKÓW ORGANICZNYCH

Analizę przeprowadza się w rutynowy sposób, opisany w różnych podręcznikach poświęconych analizie jakościowej lub preparatyce organicznej. Szczegółowe dane zamieszczone są między innymi w pozycjach literaturowych [8, 10, 15, 17].

Należy także pamiętać, że tradycyjna analiza jakościowa daje zadowalające wyniki w przypadku stosunkowo prostych związków bądź związków monofunkcyjnych. W bardziej złożonych związkach, czyli zawierających wiele różnorodnych grup funkcyjnych, lub w przypadkach budzących wątpliwości należy posłużyć się metodami spektroskopowymi. Ponieważ celem przeprowadzanej analizy jest jedynie zakwalifikowanie badanej substancji do odpowiedniej grupy odpadów oraz ocena stopnia ryzyka związanego z manipulacją danym związkiem, a nie ustalenie pełnej struktury analizowanej substancji, dlatego ograniczono liczbę przeprowadzanych prób jedynie do niezbędnych.

OKREŚLENIE JAKOŚCIOWEGO SKŁADU PIERWIASTKOWEGO

Prostą metodą jest stapianie próbki z sodem (próba Lassaigne'a) i analiza powstałych anionów. Umożliwia ona stwierdzenie obecności w próbce: N, P, S, F, Cl, Br, I oraz As. Rtęć można wykryć w podczas ogrzewania próbki z wapnem sodowanym.

OKREŚLENIE GRUPY ROZPUSZCZALNOŚCI

W próbie tej ocenia się charakter chemiczny związku (hydrofilowość i kwasowość). Umożliwia to zaszeregowanie badanego związku do określonej grupy rozpuszczalności, w skład której wchodzi określone klasy związków (tabela 2), a przez to ogranicza się liczbę koniecznych do wykonania dalszych prób.

Należy zaznaczyć, że związki o długich łańcuchach alifatycznych, posiadające wiele skondensowanych pierścieni, wielofunkcyjne lub o dużej masie cząsteczkowej mogą dawać wyniki niejednoznaczne. Przykładami mogą być: kwas stearynowy, który praktycznie nie rozpuszcza się w 5% roztworze NaOH a dobrze w stęż. kwasie siarkowym lub *N*-(3-acetylo-4-hydroksyfenilo)butyroamid, który z uwagi na obecność grupy fenolowej pojawia się w grupie IIIB, w której nie ma amidów.

W przypadku niektórych związków należących do II grupy rozpuszczalności i będących solami można z powodzeniem wykonać testy na obecność jonów siarczanowych, fosforanowych i chlorowcowych.

NIEKTÓRE REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE IDENTYFIKUJĄCE GRUPY FUNKCYJNE

Identyfikacja grup funkcyjnych obecnych w badanym związku umożliwia bezpieczne zakwalifikowanie go do odpowiedniej grupy odpadów. Reakcje charakterystyczne przeprowadza się w rutynowy sposób opisany w pozycjach literaturowych [8, 10, 15, 17]. Nie wymagają one złożonych odczynników, są proste i nie są czasochłonne. Dają one na ogół bardzo dobre wyniki o ile przestrzegana jest kolejność ich wykonywania a badane

Tabela 2. Podział związków organicznych na grupy rozpuszczalności wg [15]
 Classification of organic compounds according to solubility behaviour [15]

Grupa rozpuszczalności Solubility group	Rozpuszczalnik i rozpuszczalność Solvent and solubility	Związki organiczne Organic compounds
I	Rozp. w wodzie i bezw. eterze dietylowym Soluble in both diethyl ether and water	Niższe człony homologiczne: alkohole, aldehydy, ketony, kwasy, estry, bezwodniki, aminy, nityle oraz niektóre fenole (polihydroksyfenole) The lower members of the homologous series of: alcohols, aldehydes, ketones, acids, esters, anhydrides, amines, nitriles and some phenols (polyhydroxy phenols)
II	Rozp. w wodzie, nie rozp. w eterze Soluble in water but insoluble in diethyl ether	Kwasy polikarboksylowe, hydroksykwasy, glikole, alkohole polihydroksylowe, cukry, kwasy sulfonowe i sulfonowe, sole, niektóre: amidy, aminokwasy, aminoalkohole, poliaminy Polybasic acids, hydroxy acids, glycols, polyhydroxy alcohols, sugars, sulphonic and sulphinic acids, salts, some: amides, amino acids, amino alcohols, poly-amino compounds
IIIA	Rozp. w 5% roztworach: NaOH i NaHCO ₃ Soluble in 5% NaOH and 5% NaHCO ₃ solutions	Kwasy karboksylowe, kwasy sulfonowe, fenole z podstawnikami elektroakceptorowymi (np. nitrowymi) Carboxylic acids, sulphonic acids, phenols with electron-withdrawing group (e.g., the nitro group)
IIIB	Rozp. w 5% roztworze NaOH, nie rozp. w 5% roztworze NaHCO ₃ Soluble in 5% NaOH solution but insoluble in 5% NaHCO ₃ solution	Fenole, β -diketony i β -ketonoestry pierwszo- i drugorzędowe nitrozwiązki, oksymy, tiofenole, tiole, sulfonoamidy (z wyjątkiem pochodnych amin drugorzędowych) Phenols, β -diketones and β -keto esters, primary and secondary nitro compounds, oximes, thiophenols, thiols, sulphonamides (except of sulphonamides of secondary amines)
IV	Rozp. w 5% roztworze HCl Soluble in 5% HCl solution	Aminy pierwszorzędowe, drugorzędowe aminy alifatyczne i alifatyczno-aromatyczne, trzeciorzędowe aminy alifatyczne i alifatyczno-aromatyczne, hydrazyny Primary amines, secondary aliphatic and aryl-alkyl amines, tertiary aliphatic and aryl-alkyl amines, hydrazines
V	Związki nie zawierające N lub S, rozp. w stęż. H ₂ SO ₄ Not containing N or S, soluble only in concentrated H ₂ SO ₄	Węglowodory nienasycone, alkohole, aldehydy, ketony, estry, laktony, bezwodniki, etery, acetale, chlorki kwasowe, niektóre: alkilowane węglowodory aromatyczne Unsaturated hydrocarbons, alcohols, aldehydes, ketones, esters, lactones, anhydrides, ethers, acetals, acyl halides, some: polyalkylated aromatic hydrocarbons
VI	Związki nie zawierające N i/lub S, nie rozp. w stęż. H ₂ SO ₄ Not containing N and/or S, insoluble in concentrated H ₂ SO ₄	Nasycone węglowodory alifatyczne, cykloalkany, węglowodory aromatyczne, pochodne chlorowcowe węglowodorów, etery diarylowe Saturated aliphatic hydrocarbons, cycloalkanes, aromatic hydrocarbons, halogen derivatives of hydrocarbons, diaryl ethers
VII	Związki zawierające N i/lub S i nie należące do grup od I do VI Containing N and/or S, compounds not in groups I to VI	Nitrozwiązki aromatyczne i trzeciorzędowe, amidy, nityle, aminy z dwoma lub trzema podstawnikami aromatycznymi, związki nitrozo, azoksy, azo i hydrazo, sulfotlenki, sulfony, sulfonoamidy amin drugorzędowych, tioetery, niektóre: aminy z podstawnikami elektroakceptorowymi Aromatic and other tertiary nitro compounds, amides, nitriles, amines with two or three aromatic substituents, nitroso, azoxy, azo and hydrazo compounds, sulphides, sulphoxides, sulphones, sulphonamides of secondary amines, some negatively substituted amines

związki nie są zbyt złożone. Zestawienie najczęściej przeprowadzanych prób i reagentów przedstawiono w tabeli 3. W przypadku związków wielofunkcyjnych otrzymywane wyniki

mogą być niejednoznaczne. W takich przypadkach, a szczególnie gdy istnieje podejrzenie, że badane związki mogą stwarzać jakiegokolwiek zagrożenie, należy przeprowadzić analizę metodami spektroskopowymi.

Tabela 3. Reagenty używane w próbach służących do określenia klas związków organicznych
Reagents used in tests for establishing classes of organic compounds

Reagenty używane w próbie Reagents used in tests	Klasa związku Classes of compounds
Roztwór Br ₂ w CCl ₄ lub wodny roztwór KMnO ₄ Solution of Br ₂ in CCl ₄ or aqueous solution of KMnO ₄	Węglowodory nienasycone, związki łatwo utleniające się Unsaturated hydrocarbons, easily oxidable compounds
Roztwór 2,4-dinitrofenylhydrazyny 2,4-Dinitrophenylhydrazine reagent	Aldehydy, ketony, cukry Aldehydes, ketones, sugars
Metanolowe roztwory: chlorowodoru hydroksyloaminy, KOH i wodny roztwór FeCl ₃ (próba hydroksamowa) Methanolic solutions of: hydroxylamine hydrochloride, KOH and aqueous solution of FeCl ₃ (hydroxamic test)	Estry, laktony i bezwodniki Esters, lactones and anhydrides
Sód Sodium	Alkohole, fenole, kwasy (trzeba mieć pewność, że próbka nie zawiera wody, OSTROŻNIE! – nitrofenole) Alcohols, phenols, acids (make sure that the sample does not contain water, CAUTION! – nitrophenols)
Roztwór bezwodnego ZnCl ₂ w stęż. kwasie solnym (odczynnik Lucasa) Solution of anhydrous ZnCl ₂ in conc. hydrochloric acid (Lucas' reagent)	Alkohole zawierające poniżej 6 atomów węgla, możliwość określenia rzędowości Alcohols with below 6 atoms in normal chain, possibility of differentiation between primary, secondary and tertiary alcohols
Wodne roztwory: kwasu nadjodowego i AgNO ₃ Aqueous solutions of: paraperiodic acid and silver nitrate	Glikole, α-hydroksyaldehydy, α-hydroksyketony, węglowodany Glycols, α-hydroxyaldehydes, α-hydroxyketones, carbohydrates
Roztwór chlorku żelaza(III), woda bromowa Iron (III) chloride solution or bromine water	Niektóre fenole Some phenols
p-Toluenosulfochlorek, 10% roztwór NaOH p-Toluenesulfonyl chloride, 10% NaOH solution	Aminy, możliwość określenia rzędowości Amines, possibility of differentiation between primary, secondary and tertiary amines
Metaliczna Sn i rozcieńczony kwas solny oraz dalsza analiza jak amin Tin and dilute hydrochloric acid and further tests for amines	Związki nitrowe, nitrozowe, azowe, azoksy i hydrazowe Nitro, nitroso, azo, azoxy and hydrazo compounds
Wodne roztwory: azotanu(III) sodu (10%), NaOH (20%), kwasu siarkowego (10%) 10% Sodium nitrite, 20% sodium hydroxide and 10% sulphuric acid aqueous solutions	I i II-rzędowe nitrozwiązki Primary and secondary nitro compounds
Hydrolyza w środowisku zasadowym lub kwaśnym Hydrolysis in acid or alkaline solution	Amidy, nityle, sulfonamidy, oksymy, siarczany alkilowe Amides, nitriles, sulphonamides, oximes, alkyl sulphates
Hydrolyza, wodny roztwór BaCl ₂ Hydrolysis, aqueous solution of BaCl ₂	Siarczany alkilowe Alkyl sulphates
Wodne roztwory: ninhydriny lub siarczynu miedzi(II) Aqueous solutions of: ninhydrin or copper(II) sulphate	α-Aminokwasy α-Amino acids
Roztwór jodku potasu w lodowatym kwasie octowym Solution of KI in glacial acetic acid	Wodoronadtlenki i nadtlenki Hydroperoxides and peroxides
Kwas azotowy(III) (próba pracochłonna) Nitrous acid (laborious test)	Aminy aromatyczne Aryl amines

UPROSZCZONA ANALIZA ZWIĄZKÓW NIEORGANICZNYCH

Procedurę identyfikacji i kwalifikacji związków nieorganicznych przeprowadza się w rutynowy sposób podany w pozycjach literaturowych [1, 2, 5, 14]. Wykorzystuje się informacje dotyczące stanu skupienia, zwracając jednak uwagę, czy badana substancja nie jest przypadkowo metalem lub stopem. Ponadto barwa próbki może sugerować konkretny kation lub anion. Przykładowo podano barwy niektórych związków nieorganicznych. I tak: brunatna sugeruje obecność Ag_2O , PbO_2 , Fe_2O_3 , Bi_2O_3 , zielona – soli niklu i chromu, Cr_2O_3 , CuCl_2 , żółta – chromianów(VI), HgO , PbO , CdS , czerwona – HgO , Pb_3O_4 , BiIO , różowa – soli manganu i uwodnionych soli kobaltu, fioletowa – KMnO_4 , pomarańczowa – dichromianów(VI), niebieska – uwodnionych soli miedzi i bezwodnych soli kobaltu, czarna – Hg_2O , CuO , NiO , FeO , Fe_3O_4 oraz większości siarczków metali ciężkich.

Również zapach może sugerować obecność niektórych związków nieorganicznych np.: zapach gorzkich migdałów – obecność cyjanków, zapach palącej się siarki – obecność siarczanów(IV), zapach zgniłych jaj – obecność siarczków, zapach octu – obecność octanów, zapach amoniaku – obecność soli amonowych oraz mocznika.

OGRZEWANIE I PRAŻENIE

W trakcie ogrzewania i prażenia substancji obserwuje się wydzielające się gazy, ich barwę i zapach (należy bardzo ostrożnie wykonywać tę czynność). Pojawienie się zapachu zgniłych jaj (H_2S) świadczy o obecności siarczków, zapachu gorzkich migdałów ($(\text{CN})_2$) – cyjanków, tiocyjanianów lub cyjanożelazianów, zapachu palącej się siarki (SO_2) – siarczanów(IV) lub innych związków siarki, zapachu octu – octanów, zapachu amoniaku – soli amonowych lub mocznika, żółtozielonego gazu o duszącym zapachu (Cl_2) – chloranów(I), czerwono brunatnych pary o duszącym zapachu (Br_2) – bromianów(I), fioletowych par (I_2) – jodków lub jodu, brunatnych dymów (NO_2) – azotanów.

Należy również zwrócić uwagę, na możliwość pojawienia się sublimujących substancji o różnym zabarwieniu. Obecność substancji o zabarwieniu białym może wynikać z obecności HgCl_2 , HgBr_2 , Hg_2Cl_2 , NH_4Cl lub As_2O_3 , żółtym – S, As_2S_3 lub HgI_2 , czarnym – Hg, HgO , HgS , As lub I_2 .

Ponadto obserwuje się zmianę barwy substancji w trakcie ogrzewania i prażenia. Zmiana barwy z żółtej na pomarańczową (czerwoną) świadczy o obecności CdS , z białej na żółtą – ZnO lub SnO , z żółtej na brunatną – PbO , Bi_2O_3 lub SnO_2 , z brunatnoczerwonej na czarną – Fe_2O_3 .

Cechą charakterystyczną niektórych związków nieorganicznych jest zabarwienie płomienia palnika. Pojawienie się żółtego zabarwienia świadczy o obecności Na, ceglastoczerwonego – Ca, karminowego – Sr lub Li, fiołkowego – K, fioletoworóżowego – Rb lub Cs, zielonego – Ba, Cu lub B, niebieskiego – As, Sn, Bi, Sb lub Pb.

ROZPUSZCZALNOŚĆ PRÓBKII

Przeprowadza się badania rozpuszczalności badanej próbki w wodzie, gdzie określa się łatwość rozpuszczania, odczyn oraz barwę roztworu, w kwasach (5% HCl), zasadach (5% NaOH i 5% $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$) oraz w topnikach zasadowych i kwaśnych.

W trakcie rozpuszczania w 5% roztworze HCl może nastąpić wydzielanie gazów, sugerujące obecność niektórych związków np.: pojawienie się bezbarwnego, bezwonnego gazu, powodującego zmętnienie wody barytovej (CO_2) sugeruje obecność węglanów, gazu o charakterystycznym zapachu zgniłych jaj (H_2S) – siarczków, gazu o zapachu gorzkich migdałów (**uwaga** $(\text{CN})_2$) – cyjanków, gazu o zapachu palącej się siarki (SO_2) – siarczanów(IV), gazu (SO_2) z wydzieleniem siarki w roztworze – tiosiarczanów, brunatnych dymów (NO_2) – azotanów(III), zapachu octu – octanów.

Rozpuszczalność w 5% roztworze NaOH sugeruje obecność substancji o charakterze amfoterycznym lub kwasowym. Pojawienie się zapachu amoniaku świadczy o obecności soli amonowych. Do określenia charakteru amfoterycznego lub kwasowego służy również badanie rozpuszczalności próbki w 5% roztworze $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Rozpuszczalność w topnikach alkalicznych (węglanie sodu i potasu) świadczy o obecności krzemionki, a w topniku kwaśnym ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) – o obecności tlenków niektórych metali.

IDENTYFIKACJA KATIONÓW

Ograniczono się jedynie do stwierdzania obecności w badanym związku metalu ciężkiego przez strącanie siarczków w środowisku obojętnym i kwaśnym, natomiast obecności Ba lub Sr przez strącanie węglanów, siarczanów oraz zabarwienie płomienia.

IDENTYFIKACJA RTĘCI

Związki rtęci można wykryć w reakcji z chlorkiem cyny(II), powstaje wówczas biały szarżający osad Hg_2Cl_2 i Hg lub, gdy występuje nawet w bardzo niewielkich ilościach – przez utlenienie jonami Cu^+ i utworzenie różowo zabarwionych osadów (uwaga: roztwory zawierające sole Cu^+ muszą być świeżo przygotowane) [3].

IDENTYFIKACJA ANIONÓW

Wykrycie kationu i znajomość rozpuszczalności soli eliminuje większość mogących wchodzić w rachubę anionów. Po przeprowadzeniu strącania soli baru i srebra oraz reakcji utleniania i redukcji łatwo można ustalić anion wchodzący w skład badanej soli. Należy zwrócić uwagę na następujące aniony: CN^- rozpuszczający czarny siarczek miedzi z utworzeniem bezbarwnego kompleksu lub tworzący błękit pruski w reakcji z FeSO_4 , N_3^- (azydki, kwas azotowodorowy) dający czerwone zabarwienie z Fe^{3+} lub odbarwiający KMnO_4 na gorąco (odróżnienie od SCN^-), NH_2^- rozkładający się pod wpływem wody z wydzieleniem amoniaku, utleniacze typu NO_3^- , NO_2^- , ClO_3^- reagujące z difenylaminą, silne reduktory typu S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ reagujące z KI_3 , słabe reduktory typu I^- , Br^- , SCN^- reagujące z KMnO_4 w środowisku kwaśnym.

ANALIZA SPEKTROSKOPOWA

Analizę tę wykonuje się, gdy istnieje jakiegokolwiek podejrzenie, że analizowany związek może być związkiem niebezpiecznym, wybuchowym, trującym, silnym

kancerogenem (azotany alkoholi, azydki, nadtlarki, polinitrofenole, polinitrowęglowodory itp.) lub gdy ma być utylizowany w sposób nie destrukcyjny np. sole metali szlachetnych, związki lub rozpuszczalniki organiczne, które mają być poddane regeneracji. W przypadku problemów z identyfikacją kationu w związkach nieorganicznych, należy badaną próbkę poddać analizie emisyjnej spektrometrii atomowej [13].

Analizę związków organicznych przeprowadza się dostępnymi metodami spektroskopowymi [9, 12]. Szczególnie przydatne są: spektroskopia w podczerwieni (IR), spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (^1H i ^{13}C NMR) oraz spektrometria masowa (MS). Analizy takie mogą być wykonane nawet na przyrządach o stosunkowo małej rozdzielczości.

INNE BADANIA

Niektóre firmy utylizujące odpady chętnie widziałyby określenie punktu zapłonu substancji. Dotyczy to głównie partii dużej ilości rozpuszczalników organicznych.

WERYFIKACJA METODYKI

Weryfikację zaproponowanej metodyki postępowania prowadzono niezależnie przez 2 zespoły eksperymentatorów złożone z dwóch osób, które nie znały wyników doświadczeń drugiego zespołu. Badania przeprowadzono na dwóch grupach odpadów, liczących po 20 losowo wybranych związków. Grupa pierwsza (seria A), zawierała związki pochodzące z opisanych opakowań odczynników lecz ich pochodzenie, nazwy lub wzory nie były znane obu zespołom przed zaklasyfikowaniem ich do odpowiedniego typu substancji lub klasy substancji oraz grupy odpadów. Celem badań tej grupy związków było sprawdzenie poprawności przypisań i wyeliminowanie zbędnych lub dających nie jednoznaczne wyniki procedur. Grupa druga (seria B), zawierała związki pochodzące z nieopisanych lub zniszczonych opakowań z centralnego magazynu odczynników chemicznych. Poprawność przypisań w tej grupie testowanych substancji, w przypadkach gdy wyniki tradycyjnej analizy mogły budzić wątpliwości, sprawdzono metodami spektroskopowymi: IR, ^1H i ^{13}C NMR oraz sporadycznie MS.

Po zakończeniu badań obu grup odpadów zespoły porównały uzyskane wyniki, które okazały się identyczne. Niektóre z uzyskanych wyników wraz z określeniem klasy związku oraz zaszeregowaniem do odpowiedniej grupy odpadów przedstawiono w tabeli 4.

Pośród 40 przebadanych związków, tylko w dwóch przypadkach były trudności z określeniem typu substancji (klasy związku) lecz nie z zaszeregowaniem do odpowiedniej grupy odpadów. W obu wypadkach dotyczyło to bardzo starych substancji, które albo były mieszaninami lub co bardziej prawdopodobne były rozłożone. W pierwszym przypadku dotyczyło to nieorganicznej, trudno topliwej, pozbawionej metali ciężkich substancji, którą zaliczono do grupy odpadów N (niepalne, stałe). W drugim przypadku, ciekłej substancji organicznej zaliczonej do klasy amin o nierozpoznanej rzędowości i będącej najprawdopodobniej bądź złożoną poliaminą alkiloaromatyczną bądź w znacznym stopniu utlenioną aminą. Związek ten zaliczono bez żadnych wątpliwości do grupy odpadów O (ciekle organiczne bez fluorowców).

Tabela 4. Wyniki analiz wybranych nieopisanych odczynników
Results of analyses of selected unlabelled substances

Nr próbki Sample number	Opis substancji wraz z oceną wizualną i organoleptyczną, gęstość (d) [g/cm ³] Description of substance with a visual and organoleptic assessment, density (d) [g/cm ³]	Rodzaj opakowania, ilość Sort of package, quantity	Spalanie, rozpuszczalność pozostałości po spaleniu w wodzie, (pH) Ignition test, solubility of residue in water, (pH)	Rodzaj substancji Type of substance	Rozpuszczalność w: a/ wodzie, (pH) b/ 5% r-rze HCl c/ stęż. kwasach d/ 5% r-rze NaOH e/ 5% r-rze NH ₃ H ₂ O f/ eterze dietylowym Solubility in: a/ water, (pH) b/ 5% HCl soln. c/ conc. acids d/ 5% NaOH soln. e/ 5% NH ₃ H ₂ O soln. f/ diethyl ether	Reakcje Reactions	Pierwiastki (bez C, H, O) Elements (apart from C, H, O)	Typ substancji/ klasa związku* Type of substance/ class of compound*	Grupa odpadów Group of wastes Uwagi ** Notes **
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1A	Ciecz bezb. o dużej lepkości Colourless liquid of high viscosity	Probówka, 20 cm ³ Test-tube, 20 cm ³		Nieorg. Inorganic	a/ rozp., odcz. kwaśny, przy rozcz. słaby efekt term. a/ soluble, acid reaction, weak therm. effect while diluting	(NH ₄) ₂ S – brak osadu, Na ₂ CO ₃ – brak osadu, Na ₃ [Co(NO ₂) ₆] – brak osadu, K[Sb(OH) ₆] – brak osadu, KMnO ₄ – brak red., difenylamina – brak utl., molibdenian w środ. kwaśnym – żółty osad (NH ₄) ₂ S – no precipitate, Na ₂ CO ₃ – no precipitate, Na ₃ [Co(NO ₂) ₆] – no precipitate, K[Sb(OH) ₆] – no precipitate, KMnO ₄ – no red., diphenylamine – no oxid., molybdate in acidic medium – yellow precipitate	P	Kwas fosforowy Phosphoric acid	S (po neutralizacji) S (after neutralisation) Kwas fosforowy Phosphoric acid

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2A	Białe krystaliczne ciało stałe White crystalline solid	Probówka, 20 g Test-tube, 20 g	Niepalna, zwęglą się, rozp., (pH > 10) Non-flammable, chars, soluble, (pH > 10)	Nieorg. – org. Inorganic – organic	a/ rozp. f/ nierozp. a/ soluble f/ insoluble	(NH ₄) ₂ S – brak osadu, Na ₃ [Co(NO ₂) ₆] – brak osadu, K[Sb(OH) ₆] – osad, KMnO ₄ – brak red., org. – kwas organiczny, rozp. w H ₂ O lecz nie kwas octowy (NH ₄) ₂ S – no precipitate, Na ₃ [Co(NO ₂) ₆] – no precipitate, K[Sb(OH) ₆] – precipitate, KMnO ₄ – no red., organic – acid soluble in H ₂ O but not acetic acid	Na	Sól sodowa kwasu organicznego Sodium salt of organic acid	P lub N P or N Cytrynian sodu Sodium citrate
4A	Brazowy proszek Brown powder	Probówka, 20 g Test-tube, 20 g	Topi się, po ostudzeniu subst. brązowa Melts, after cooling brown substance	Nieorg. Inorganic	a/ nierozp. b/ nierozp. c/ rozp. w gorącym r-rze HCl d/ rozp. a/ insoluble b/ insoluble c/ sol. in hot HCl soln. d/ soluble	(NH ₄) ₂ S – ciemnobrunatny osad (NH ₄) ₂ S – dark brown precipitate	Metal ciężki Heavy metal	Tlenek kwasowy Acid oxide	TN V ₂ O ₅

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
19A	Brązowo-bordowe proszkowane ciało stałe Brown-maroon powdered solid	Probówka, 20 g Test-tube, 20 g	Pali się kopczącym płomieniem, pozostałość podobna do koksu, nierozp. Burns, very smoky flame, residue similar to coke, insoluble	Org. Organic	a/ nierozp. b/ nierozp. c/ rozp. d/ nierozp. f/ rozp. a/ insoluble b/ insoluble c/ soluble d/ insoluble f/ soluble	Ulega red. Sn w kwasie solnym, zmiana barwy w stęż. H ₂ SO ₄ Reduction with Sn in HCl soln., discoloration in conc. H ₂ SO ₄	N	Barwnik azowy Azo dye	P barwnik Sudan III dye Sudan III
6B	Bezbarwna, gęsta ciecz, d < 1 Colourless, dense liquid, d < 1	Beczka metalowa, 200 dm ³ Metal barrel, 200 dm ³	Pali się żółto- czerwonym, lekko kopczącym płomieniem, zapach parafiny Burns, yellow-red flame, slightly smoky, paraffin aroma	Org. Organic	a/ nierozp. b/ nierozp. c/ nierozp. d/ nierozp. f/ rozp. a/ insoluble b/ insoluble c/ insoluble d/ insoluble f/ soluble	Brak Lack	Brak Lack	Olej parafinowy Paraffin oil	O IR – węglowodór alifatyczny IR – aliphatic hydrocarbon
7B	Bezbarwna, gęsta ciecz, d < 1 Colourless, dense liquid, d < 1	Beczka metalowa, 200 dm ³ Metal barrel, 200 dm ³	Trudno zapala się, pali się energicznie z iskrzeniem, biała pozostałość, nierozp., (pH 7) Ignites with difficulty, burns vigorously with sparking, white insoluble residue, (pH 7)	Org. Organic	a/ nierozp. b/ nierozp. c/ nierozp. d/ nierozp. f/ nierozp. a/ insoluble b/ insoluble c/ insoluble d/ insoluble f/ insoluble	Pozostałość po spaleniu – SiO ₂ Residue after burning – SiO ₂	Si	Polimeryczny związek krzemooorga- niczny Polymeric silicon-organic compound	O IR, NMR – poli(metylo- siloksan) IR, NMR – poly(methyl - siloxane)

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
11B	Bezbarwna ciecz o przyjemnym zapachu, d > 1 Colourless liquid of pleasant odour, d > 1	Butelka firmowa, 250 cm ³ Original bottle, 250 cm ³	Pali się tylko w płomieniu, barwi płomień na zielono, lekko kopci Burns only in the flame, colours the flame in green, slightly smoky	Org. Organic	a/ nierozp. b/ nierozp. c/ nierozp. d/ nierozp. f/ rozp. a/ insoluble b/ insoluble c/ insoluble d/ insoluble f/ soluble	Brak Lack	Br	Bromek alkilu Alkyl bromide	F IR, NMR, MS – 1,4-dibromobutan IR, NMR, MS – 1,4-dibromobutane
13B	Bezbarwna ciecz o ostrym, nieprzyjemnym zapachu Colourless liquid of sharp, disagreeable odour	Butelka nieznanego pochodzenia, zamknięcie gumowe, 500 cm ³ Bottle of unknown origin, rubber seal, 500 cm ³	Pali się niekopącym, niebieskawym płomieniem Burns, blue flame,	Org. Organic	a/ rozp. (dość trudno) d/ rozp. (łatwo) po zakwaszeniu 5% r-rem HCl wydziela się gaz f/ rozp. a/ soluble (rather difficult) d/ soluble (easily) after acidifying with 5% HCl soln. liberation of gas f/ soluble	Nie reaguje z 2,4-DNPH, NH ₂ OH/FeCl ₃ – nie reaguje No reaction with 2,4-DNPH, NH ₂ OH/FeCl ₃ – no reaction	Brak Lack	Węglan alifatyczny (węglan dimetylowy?) Aliphatic carbonate (dimethyl carbonate?)	O IR, NMR, MS – węglan dimetylowy IR, NMR, MS – dimethyl carbonate
15B	Oleista bezbarwna ciecz, d > 1 Oily colourless liquid, d > 1	Butelka laboratoryjna ze szlifem, 150 cm ³ Bottle with ground glass joint, 150 cm ³	Pali się żółtym, kopczącym płomieniem Burns, yellow smoky flame	Org. Organic	a/ nierozp. b/ nierozp. c/ rozp. d/ nierozp. f/ rozp. a/ insoluble b/ insoluble c/ soluble d/ insoluble f/ soluble	NH ₂ OH/FeCl ₃ – wynik pozytywny NH ₂ OH/FeCl ₃ – positive result	Brak Lack	Ester aromatycznego kwasu organicznego Ester of aromatic organic acid	O IR, NMR, MS – ftalan dimetylowy IR, NMR, MS – dimethyl phtalate

2,4-DNPH – 2,4-dinitrofenylohydrazyna, * – w kolumnie 9 oprócz typu substancji (klasy związku) podano także sugerowane przez autorów nazwy lub wzory analizowanych substancji, ** – w kolumnie 10 w pozycji „Uwagi” podano rzeczywiste wzory lub nazwy testowanych związków lub uzyskane dzięki potwierdzeniu wynikami analiz spektroskopowych.

2,4-DNPH – 2,4-dinitrophenylhydrazine, * – in column 9 apart from the type of substance (classification of compound) names or formulas of analysed substances, suggested by the authors, are given, ** – in column 10 – “Notes” – real formulas or names of examined compounds also proved by spectroscopic analysis are shown.

Uzyskane wyniki pozwalają zatem stwierdzić, że stosunkowo proste metody analityczne, nie wymagające drogiego sprzętu laboratoryjnego (większość prób wykonuje się w probówkach) oraz odczynników, pozwalają w zdecydowanej większości przypadków dobrze wyszkolonemu chemikowi prawidłowo określić typ substancji (klasę związku) i zaszerzować badany związek do odpowiedniej grupy odpadów w stosunkowo krótkim czasie i przy niewielkich nakładach finansowych. Natomiast użycie zaawansowanych technik analitycznych można ograniczyć jedynie do specjalnych lub trudnych przypadków, co jest również istotne dla jednostek nie dysponujących własnymi przyrządami.

Zaproponowaną metodykę postępowania z nieopisanymi odczynnikami wykorzystano przy porządkowaniu centralnego magazynu odczynników, z którego usunięto około 3 tony zbędnych, przeterminowanych i nieopisanych odczynników.

Odczynniki te po zakwalifikowaniu do poszczególnych grup odpadów i niezbędnej w niektórych przypadkach neutralizacji, zapakowano zgodnie z wymogami po czym przekazano do eliminacji bądź utylizacji wyspecjalizowanym firmom.

Praca została wykonana w ramach projektu celowego zamawianego, finansowanego przez Ministerstwo Edukacji Narodowej i Komitet Badań Naukowych, PCZ 03-16 pt. „Opracowanie sposobu oraz systemu organizacyjnego gospodarowania substancjami chemicznymi na wydziałach chemicznych i pokrewnych szkół wyższych oraz koncepcji technologicznych neutralizacji oraz utylizacji odpadów z laboratoriów chemicznych” koordynowanego przez Politechnikę Śląską.

LITERATURA

- [1] Błok N.: *Jakościowa analiza chemiczna*, PWN, Warszawa 1955.
- [2] Charlot G.: *Analiza nieorganiczna jakościowa*, PWN, Warszawa 1976.
- [3] Korenman I.: *Ilościowa mikroanaliza chemiczna*, PWT, Warszawa 1952.
- [4] Majewski J., G. Dzido, A. Rajca, J. Wójcik, J. Zawadiak: *Chemia i Inżynieria Ekologiczna*, 8, 1147 (2001).
- [5] Minczewski J., Z. Marczenko: *Chemia analityczna*, tom 1, PWN, Warszawa 1976.
- [6] *Poradnik fizykochemiczny*, WNT, Warszawa 1974.
- [7] Praca zbiorowa pod red. K. Skalmowskiego: *Poradnik gospodarowania odpadami*, Verlag Dashöfer, Warszawa 1998.
- [8] Praca zbiorowa pod red. J. T. Wróbla: *Preparatyka i elementy syntezy organicznej*, PWN, Warszawa 1983.
- [9] Praca zbiorowa pod red. W. Zielińskiego i A. Rajcy: *Metody spektroskopowe i ich zastosowanie do identyfikacji związków organicznych*, WNT, Warszawa 2000.
- [10] *Preparatyka organiczna*, tłumaczenie zbiorowe z języka niemieckiego pod red. B. Bochwica, PWN, Warszawa 1971.
- [11] *Rozporządzenie Ministerstwa Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 21.08.1997.*
- [12] Silverstein R.M., G.C. Bassler: *Spektroskopowe metody identyfikacji związków organicznych*, PWN, Warszawa 1970.
- [13] Szczepaniak W.: *Metody instrumentalne w analizie chemicznej*, PWN, Warszawa 1996.
- [14] Szmaj Z.S., T. Lipiec: *Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej*, Wydawnictwo Lekarskie PZWL, Warszawa 1997.
- [15] Vogel A.: *Preparatyka organiczna*, WNT, Warszawa 1984.
- [16] Welzbacher U.: *Niebezpieczne substancje. Praktyczny poradnik. Opracowanie podstawowe włącznie z uzupełnieniami i aktualizacją. Maj 2001 r.*, Alfa-Weka Sp.z o.o., Warszawa 1999.
- [17] Woliński J., J. Terpiński: *Organiczna analiza jakościowa*, PWN, Warszawa 1973.