



## Testovanie chemických a fyzikálnych vlastností chemických látok vo VUP, a.s.

RNDr. Marta Matisová, CSc.

### REACH a testovacie laboratóriá

seminár

28. marec 2008 - Šoporňa

## Nariadenie EP a Rady (ES) č. 1907/2006

### Článok 13, odsek 3:

V prípade, že sa na získanie informácií o vnútorných vlastnostiach látok vyžadujú testy látok, **vykonajú sa v súlade s testovacími metódami ustanovenými v nariadení Komisie alebo v súlade s inými medzinárodnými testovacími metódami, ktoré Komisia alebo agentúra uznajú za vhodné.** Komisia prijme uvedené nariadenie, ktorého cieľom je zmeniť nepodstatné prvky tohto nariadenia jeho doplnením v súlade s postupom uvedeným v článku 133 ods. 4.

Informácie o vnútorných vlastnostiach látok možno získať v súlade s inými testovacími metódami, ak sú splnené podmienky ustanovené v prílohe XI.

## Štandardné informačné požiadavky pre látky dovážané v množstvách od 1 tony

1	Skupenstvo látky pri 20 °C a 101,325 kPa	State of Substance at 20 °C and 101,325 kPa	Základné identifikačné vlastnosti látky
2	Teplota topenia /tuhnutia	Melting/Freezing Temperature	
3	Teplota varu	Boiling Temperature	
4	Relatívna hustota	Relative Density	
5	Tlak pár	Vapour Pressure	Potenciál látky (alebo zložiek prípravku) prenikat' po úniku do životného prostredia do podzemných vôd alebo sa transportovať do väčších vzdialeností od miesta úniku
6	Povrchové napätie	Surface Tension	
7	Rozpustnosť vo vode	Water Solubility	
8	Rozdeľovací koeficient n-oktanol - voda	Partition Coefficient	Bioakumulačný potenciál látky akumulovať sa v jednotlivých zložkách životného prostredia a prenikat' do organizmu cez potravinový reťazec

## Štandardné informačné požiadavky pre látky dovážané v množstvách od 1 tony

9	Teplota vzplanutia	Flash Point	Dôležité bezpečnostné informácie o látke z hľadiska jej pôsobenia na vznik požiaru
10	Horľavosť tuhých látok	Flammability (Solids)	
11	Horľavosť plynov	Flammability (Gases)	
12	Horľavosť – kontakt s vodou	Flammability (Contact with Water)	
13	Sklon k samovznieteniu tuhých látok a kvapalín	Pyrophoric Properties of Solids and Liquids	
14	Výbušné vlastnosti	Explosive Properties	
15	Teplota samovznietenia	Auto – Ignition Temperature (Liquid and Gases)	
16	Relatívna teplota vznietenia pre tuhé látky	Relative Self-Ignition Temperature for Solids	

## Štandardné informačné požiadavky pre látky dovážané v množstvách od 1 tony

17	Oxidačné vlastnosti tuhých látok	Oxidizing Properties (Solids)	Potenciál látky zvýšiť rýchlosť alebo intenzitu horenia horľavej látky alebo tvoriť s horľavou látkou zmes, ktorá sa samovoľne vznieti
18	Oxidačné vlastnosti (kvapaliny)	Oxidizing Properties (Liquids)	
19	Priemerná molekulová hmotnosť a distribúcia molekulových hmotností polymérov	Number – Average Molecular Weight and Molecular Weight Distribution of Polymers	Potenciál polymérnej látky alebo jej zložiek prenikat' po úniku do životného prostredia do podzemných vôd alebo sa transportovať do väčších vzdialeností od miesta úniku
20	Obsah zložiek s nízkou molekulovou hmotnosťou v polyméroch	Low Molecular Weight Content of Polymers	
21	Rozpúšťacie a extrakčné vlastnosti polymérov vo vode	Solution/Extraction Behaviour of Polymers in Water	
22	Granulometria	Particle Size Distribution/ Fibre Length and Diameter Distributions	

## Štandardné informačné požiadavky pre látky dovážané v množstvách od 100 ton

23	Stabilita v organických rozpúšťadlách a identifikácia relevantných produktov degradácie	Stability in Organic Solvents and Identification of Degradation Products	Vyžaduje sa iba v prípade, ak sa stabilita látky považuje za kritickú
24	Disociačná konštanta	Dissociation Constants in Water	
25	Viskozita	Viscosity of Liquids	Mobilita látky po úniku do životného prostredia

## A.1 Teplota topenia Melting/Freezing Temperature

- **Teplota topenia** (teplotné rozmedzie) je teplota počiatku a konca fázovej premeny z tuhého do kvapalného skupenstva alebo naopak pri atmosferickom tlaku
- **Osobitné pravidlá:** Štúdiá sa nemusí robiť, ak
  - je teplota topenia testovanej látky pod teplotou  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$
- **Metódy merania:** kapilárna metóda, metódy tepelných blokov (Koflerov blok), stanovenie teploty tuhnutia, metódy termickej analýzy (DTA a DSC), teplota tuhnutia olejov
- **VUP, a.s.:**
  - metódy: Koflerov blok, DTA, DSC (od mája 2008)

## A.2 Teplota varu Boiling Temperature

- **Teplota varu** (teplotné rozmedzie varu) je teplota, pri ktorej má tlak pary danej kvapaliny hodnotu  $101,325\text{ kPa}$ .
- **Osobitné pravidlá:** Štúdiá sa nemusí robiť
  - pre plyny,
  - pre pevné látky s teplotou topenia  $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,
  - pre látky, ktoré sa pred varom rozložia (teplotu varu je treba odhadnúť alebo domerať pri zníženom tlaku)
- **Metódy merania:** ebulliometrická metóda, dynamická metóda, destilačná metóda, metóda podľa Šivolobova, metódy termickej analýzy (DTA a DSC)
- **VUP, a.s.:**
  - metódy: ebulliometrická, dynamická, destilačná, metódy termickej analýzy DTA a DSC (od mája 2008)
  - možnosť merať závislosť teploty varu od tlaku

### A.3 Relatívna hustota Relative Density

- **Relatívna hustota** tuhých látok alebo kvapalín je pomer medzi hmotnosťou objemu testovanej látky pri teplote 20 °C a hmotnosťou vody toho istého objemu pri teplote 4 °C.
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - je látka v stálom skupenstve len v roztoku v konkrétnom rozpúšťadle a hustota roztoku je podobná hustote rozpúšťadla,
  - je látka plynná – robí sa odhad na základe výpočtu z mólovej hmotnosti a zákonov o ideálnom plyne
- **Metódy merania:** výtlačné metódy (hustomer, hydrostatické váhy, metóda ponoreného telesa), pyknometrické metódy, vzduchový porovnávaci pyknometer, oscilujúci hustomer
- **VUP, a.s.:**
  - metódy: hustomerom (kvapaliny do viskozity 5 Pa.s), pyknometricky (tuhé látky a kvapaliny do viskozity 500 Pa.s)
  - možnosť merať závislosť hustoty od teploty

### A.4 Tlak pár Vapour Pressure

- **Tlak pár** je tlak nasýtenej pary nad tuhú alebo kvapalnou látkou pri teplote 20 alebo 25 °C
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - je teplota topenia testovanej látky vyššia ako 300 °C  
Ak je teplota topenia testovanej látky medzi 200 °C a 300 °C, táto je limitná hodnota stanovená na základe výpočtu alebo merania.
- **Metódy merania:** dynamická ( $10^3$  až  $10^5$  Pa), statická (10 až  $10^5$  Pa), izoteniskop ( $10^2$  až  $10^5$  Pa), výtokové metódy ( $10^{-3}$  až 1 Pa), plynovej saturácie ( $10^{-4}$  až 1 Pa), rotujúcej guľičky ( $10^{-4}$  až 0,5 Pa)
- **VUP, a.s.:**
  - metódy: dynamická (okamžite) a statická (od júna 2008)
  - možnosť merať závislosť tlaku nasýtených pár od teploty pre obidve metódy

## A.5 Povrchové napätie Surface Tension

- **Povrchové napätie** je entalpia voľnej hladiny na jednotku povrchovej plochy testovanej kvapaliny
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa musí robiť, iba ak
  - sa na základe štruktúry očakáva povrchová aktivita
  - povrchová aktivita je žiadúcou vlastnosťou materiálu
  - ak je rozpustnosť testovanej látky vo vode pri teplote 20 °C vyššia ako 1 mg/l, test sa nemusí robiť
- **Metódy:** doštičková, strmienková, krúžková
- **VUP, a.s.:**
  - metódy: doštičková a krúžková (od júna 2008)
  - možnosť merať závislosť povrchového napätia od teploty

## A.6 Rozpustnosť vo vode Water Solubility

- **Rozpustnosť vo vode** je určená koncentráciou, pri ktorej tvorí testovaná látka vo vode pri danej teplote nasýtený roztok
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - je látka pri pH 4, 7 a 9 hydrolyticky nestála (poločas rozpadu menší ako 12 hodín)
  - sa testovaná látka ľahko oxiduje vo vodeAk sa zdá, že látka je vo vode „nerozpustná“, vykoná sa limitný test až po detekčný limit.
- **Metódy:** metóda vypierania z kolóny (rozpustnosť <math>< 10^{-2}</math> g/l) a banková (fľašková) metóda (rozpustnosť >math>> 10^{-2}</math> g/l)
- **VUP, a.s.:**
  - metóda: banková
  - možnosť merať závislosť rozpustnosti od teploty

## A.8 Rozdeľovací koeficient n-oktanol/voda Partition Coefficient

- **Rozdeľovací koeficient** ( $\log P_{ow}$ ) je pomer rovnovážnych koncentrácií rozpustenej látky v dvojfázovom systéme pozostávajúcom z dvoch nemiešajúcich sa rozpúšťadiel (n-oktanolu a vody).
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - sa testuje anorganická látka
  - ak test nemožno vykonať (látka sa rozkladá, má vysokú povrchovú aktivitu, počas skúšania prudko reaguje, nerozpúšťa sa vo vode alebo n-oktanole, nemožno získať dostatočne čistú látku), uvedie sa vypočítaná hodnota  $\log P_{ow}$
- **Metódy:** banková metóda, HPLC
- **VUP, a.s.:**

Meranie Rozdeľovacieho koeficientu bankovou metódou

## A.9 Teplota vzplanutia Flash Point

- **Teplota vzplanutia** je najnižšia teplota (korigovaná na tlak 101,325 kPa), pri ktorej kvapalina uvoľňuje pary v takom množstve, že sa v testovacej nádobke vytvorí zápalná zmes pár a vzduchu.
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - sa testuje anorganická látka
  - látka obsahuje iba prchavé organické zložky s bodmi vzplanutia vyššími ako 100 °C (vodné roztoky)
  - odhadovaná teplota vzplanutia je vyššia ako 200 °C
  - teplotu vzplanutia možno presne predpovedať na základe interpolácie z existujúcich charakterizovaných materiálov
- **Metódy:** Normalizované metódy
- **VUP, a.s.:**

Metóda vzplanutia v uzavretom teglíku podľa Penskyho-Martensa metódou ISO 2719: 2002 (postup A - okamžite, postup B - od júna 2008)



## **A.10 Horľavosť tuhých látok** **Flammability (Solids)**

- **Horľavosť tuhých látok** predstavuje rýchlosť horenia tuhej látky po jej zapálení
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - ak ide o pevnú látku, ktorá má výbušné alebo samovznietivé vlastnosti
  - pre látky, ktoré sa samovznietia pri styku so vzduchom
- **Metódy:** Predbežný skriningový test a test rýchlosti horenia podľa presného postupu
- **VUP, a.s.:**  
Meranie horľavosti tuhých látok sa pripravuje

## **A.11 Horľavosť plynov** **Flammability (Gases)**

- **Horľavosť plynov** stanoví, či plyny zmiešané so vzduchom pri teplote cca 20 °C a pri atmosferickom tlaku vzplanú od elektrickej iskry.
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - koncentrácia horľavého plynu v zmesi s inertnými plynmi je taká nízka, že sa po zmiešaní so vzduchom vždy nachádza pod spodným limitom, kedy dochádza k vzplanutiu
- **Metódy:** Koncentrácia plynu sa vo vzduchu postupne zvyšuje a testom sa zisťuje horľavosť zmesi
- **VUP, a.s.:**  
Meranie horľavosti plyných látok sa vo VUP, a.s. nevykonáva



## **A.12 Horľavosť – kontakt s vodou** **Flammability (Contact with Water)**

- **Horľavosť – kontakt s vodou** stanoví, či kontakt testovanej látky s vodou alebo vlhkým vzduchom vedie k vyvíjaniu nebezpečných množstiev plynov, ktoré môžu byť horľavé.
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - ide o pevnú látku, ktorá má výbušné alebo samovznietivé vlastnosti
  - pre látky, ktoré sa samovznietia pri styku so vzduchom
- **Metóda:** podľa jednotlivých krokov postupu
- **VUP, a.s.:**

Meranie horľavosti látky pri kontakte s vodou je pripravené. V súčasnom období sa postup merania testuje.

## **A.13 Sklon tuhých látok a kvapalín k samovznieteniu** **Pyrophoric Properties of Solids and Liquids**

- **Sklon k samovznieteniu** testovanej látky stanoví, či sa látka samovoľne vznieti za krátky čas po jej kontakte so vzduchom.
- **Osobitné pravidlá:** nie sú určené
- **Metóda:** látka sa zmieša s inertným materiálom a sleduje sa, či dôjde k samovznieteniu
- **VUP, a.s.:**

Meranie sklonu k samovznieteniu látky je pripravené. V súčasnosti sa postup testuje.

## A.14 Výbušné vlastnosti Explosive Properties

- **Výbušnosť** stanoví, či testovaná látka predstavuje nebezpečenstvo explózie za účinku plameňa, nárazu alebo trenia.
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - sa v molekule nenachádzajú chemické skupiny s výbušnými vlastnosťami
  - látka obsahuje chemické skupiny s výbušnými vlastnosťami, ktoré obsahujú kyslík a vypočítaná kyslíková rovnováha je nižšia ako -200
  - organická látka alebo homogénna zmes organických látok obsahuje chemické skupiny s výbušnými vlastnosťami, ale energia exotermického rozkladu je nižšia ako 500 J/g a nástup exotermického rozkladu začína pod teplotou 500 °C
  - je u zmesí anorganických oxidujúcich látok s organickými materiálmi koncentrácia anorganickej oxidujúcej látky nižšia ako 15 %hm (obalová skupina - vysoká alebo stredná nebezpečnosť) alebo 30 %hm (obalová skupina malá nebezpečnosť)
- **Metóda:** testy citlivosti na jednotlivé podnety (teplo, náraz, trenie)
- **VUP, a.s.:**  
Meranie výbušných vlastností sa vo VUP, a.s. nevykonáva

## A.15 Teplota vznietenia kvapalín a plynov Autoignition Temperature (Liquid and Gases)

- **Teplota vznietenia** stanoví, či sa testovaná látka môže zapáliť od horúcich povrchov za prítomnosti vzduchu
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak je
  - látka výbušná alebo samovznietivá pri izbovej teplote
  - kvapalina na vzduchu nehorľavá (napr. teplota vzplanutia je vyššia ako 200 °C)
  - plyn nehorľavý
- **Metóda:** stanoví minimálnu teplotu uzavretého priestoru, ktorá má za následok vznietenie látky
- **VUP, a.s.:**  
Testy merania teploty vznietenia kvapalín a plynov sa vo VUP, a.s. vykonávajú bežne

## **A.16 Relatívna teplota vznietenia pre tuhé látky** **Relative Self-Ignition Temperature for Solids**

- **Teplota vznietenia** predstavuje minimálnu teplotu okolia, pri ktorej sa za definovaných podmienok vznieti určité množstvo látky
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - má tuhá látka teplotu topenia nižšiu ako 160 °C alebo je testom vylúčené samozohrievanie látky pri teplotách nižších ako 400 °C
- **Metóda:** stanoví minimálnu teplotu uzavretého priestoru (piecky), ktorá má za následok vznietenie tuhej látky
- **VUP, a.s.:**

Testy merania teploty vznietenia tuhých látok sa vo VUP, a.s. nevykonávajú

## **A.17 Oxidačné vlastnosti tuhých látok** **Oxidizing Properties (Solids)**

- **Oxidačné vlastnosti tuhých látok** sa stanovujú ako rýchlosť horenia (oxidačnej reakcie) potrebná na to, aby reakčná zóna prešla celým množstvom testovanej látky pri podmienkach testu
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - je látka výbušná, vysokohorľavá alebo je látka organickým peroxidom
  - látka nie je schopná exotermicky reagovať s oxidačnými materiálmi
  - úplne testy sa nemusia vykonať, ak predbežné skúšky naznačujú, že testovaná látka má oxidačné vlastnosti
- **Princíp:** rýchlosť horenia testovanej látky sa porovnáva s rýchlosťou horenia zmesi dusičnanu bárnateho s práškovou celulózou.
- **VUP, a.s.:**

Testy merania oxidačných vlastností tuhých látok sa v súčasnom období pripravujú

## ***Vlastnosti polymérnych materiálov***

- **A.18 Číselná priemerná molekulová hmotnosť a distribúcia molekulových hmotností polymérov (Number – Average Molecular Weight and Molecular Weight Distribution of Polymers)**
- **A.19 Obsah zložiek s nízkou molekulovou hmotnosťou v polyméroch (Low Molecular Weight Content of Polymers)**

- **Metóda:**

- Gélová permeačná chromatografia

- **VUP, a.s.:**

Testy vlastností uvedených polymérnych materiálov sa vo VUP, a.s. nevykonávajú

## ***A.20 Rozpúšťacie – extrakčné vlastnosti polymérov vo vode Solution/Extraction Behaviour of Polymers in Water***

- **Extrakčné vlastnosti polymérov vo vode** sa stanovujú ako obsah polyméru vo vodnej fáze
- **Osobitné pravidlá:** žiadne
- **Metóda:** banková. Nie je možné ju použiť pri kvapalných polyméroch a polyméroch, ktoré reagujú s vodou.

- **VUP, a.s.:**

Testy merania extraktívnych vlastností polymérov sa vo VUP, a.s. vykonávajú dňodobo. Skúšky podľa postupu A.20 sú pripravené.

## **A.21 Oxidačné vlastnosti (kvapaliny) Oxidizing Properties (Liquids)**

- **Oxidačné vlastnosti kvapalín** vystihujú potenciál kvapalnej látky zvýšiť rýchlosť alebo intenzitu horenia horľavej látky alebo tvoriť s horľavou látkou samozápalnú zmes.
- **Osobitné pravidlá:** Štúdia sa nemusí robiť, ak
  - je látka výbušná, vysokohorľavá alebo je látka organickým peroxidom
  - látka nie je schopná exotermicky reagovať s oxidačnými materiálmi
  - úplne testy sa nemusia vykonať, ak predbežné skúšky naznačujú, že testovaná látka má oxidačné vlastnosti
- **Princíp:** Testovaná kvapalina sa zmieša s celulózou. Vznietenie sa sleduje na základe zmeny tlaku pri zahrievaní systému
- **VUP, a.s.:**  
Testy merania oxidačných vlastností kvapalín sa v súčasnom období nevykonávajú

## **Granulometria**

### **Particle Size Distribution/ Fibre Length and Diameter Distributions**

OECD Guideline for Testing of Chemicals 110 (12 May 1981)

- **Osobitné pravidlá:**
  - Štúdia sa nemusí robiť, ak je látka uvádzaná na trh v inom ako tuhom stave a inej ako granulovanej forme
- **Princíp:**
  - Metóda A pre práškové látky nerozpustné vo vode - sedimentácia
  - Metóda B pre vláknité látky – elektrónový mikroskop
- **VUP, a.s.:**  
Testy granulometrie sa vo VUP, a.s. súčasnom období nevykonávajú

## **Vlastnosti látok dovážaných alebo vyrábaných v množstvách od 100 ton**

### **Stabilita v organických rozpúšťadlách a identifikácia relevantných produktov degradácie**

- Štúdiá sa nemusí robiť, ak ide o anorganickú látku
- VUP, a.s. – testy stability látok sa bežne vykonávajú pri riešení výskumných úloh

### **Disociačná konštanta**

- Štúdiá sa nemusí robiť ak je látka nestála vo vode alebo test nie je možné vykonať (nedostatočne citlivá analytická metóda)
- VUP, a.s. – test je možné vykonať podľa postupu OECD č. 112 (Dissociation Constants in Water)

### **Viskozita**

- VUP, a.s. – meranie je realizované podľa OECD č. 114 (Viscosity of Liquids). Merania môžeme vykonať na rôznych typoch viskozimetrov (Ubbelohdeho, Höpplerov, reotest).

## **Najbližšie obdobie**

### **Akreditácia:**

Testovanie fyzikálno – chemických vlastností látok je akreditované čiastočne (hustota, viskozita, teplota vzplanutia, teplota vznietenia)

Príprava nových laboratórií **FYCHEM** s osvedčením o dodržiavaní zásad správnej laboratórnej praxe

### **Rozšírenie testovania:**

- metódy termickej analýzy (teplota varu, teplota topenia)
- tlak pár statickou metódou,
- meranie povrchového napätia,
- rozšírenie merania teploty vzplanutia,
- horľavosť tuhých látok
- oxidačné vlastnosti tuhých látok

## ***Kontakt***

[www.vupas.sk](http://www.vupas.sk)

[www.vup.eu](http://www.vup.eu)

**RNDr. Marta Matisová, CSc.**  
**vedúca odboru FCHP**  
**VUP, a.s.**  
**Nábrežná 4**  
**971 04 Prievidza**

e-mail: [matisova@vupas.sk](mailto:matisova@vupas.sk)

## ***VUP, a.s. Prievidza***





## *Bojnický zámok*



Ďakujem za pozornosť