UKD 662 749 363 1 543 253 062

PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	NORMA BRANŻOWA	BN-68 0511-09
	Produkty węglopochodne **Polarograficzne oznaczanie tionaftenu w naftalenie**	Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest polarograficzna metoda ilościowego oznaczania tionaftenu w naftalenie.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania tionaftenu w zakresie 0,01 — 1% w naftalenie o różnym stopniu czystości. Na wynik oznaczania nie wpływa obecność zanieczyszczeń zawartych w naftalenie.

1.3. Normy związane

PN/C-04333 Produkty węglopochodne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na utlenianiu tionaftenu zawartego w naftalenie w środowisku kwasu octowego przy pomocy wody utlenionej i zmierzeniu wysokości fali polarograficznej otrzymanego 1,1-dwuoksytionaftenu.

2.2. Aparatura i przyrządy

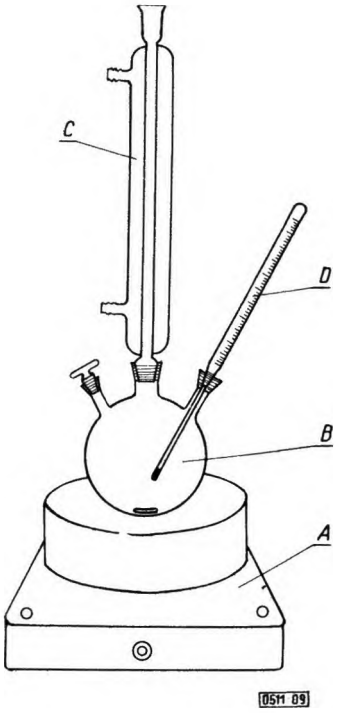
a) Polarograf OH-101 lub polarograf innego typu z wyposażeniem podstawowym.

b) Zestaw do utleniania (rysunek) składający się z mieszadła elektromagnetycznego z ogrzewaniem *A*, kolby kulistej z trzema szyjkami pojemności 100 cm^3 *B*, chłodnicy zwrotnej wodnej ze szlifem o długości 250 mm *C*, termometru rtęciowego o zakresie pomiarowym 0 - 100°C i działce elementarnej 0,1°C *D*, Wszystkie łączenia elementów powinny być wykonane na szlify.

c) Zestaw do oczyszczania azotu składający się z dwóch płuczek z płytkami ze szkła spiekanego G-1 o pojemności 500 cm^3. Jedna płuczka wypełniona jest w ⅔ objętości roztworem pirogalolu, druga - roztworem nadmanganianu potasowego.

d) Precyzyjny reduktor do azotu, umożliwiający regulację ciśnienia w granicach 0,01 ÷ 1,00 at.

e) Urządzenie do destylacji rtęci.



2.3. Odczynniki i roztwory

a) Bufor pirydynowo-octowy mieszanina pirydyny i kwasu octowego w stosunku objętościowym 1 + 1.

b) Kwas octowy lodowaty cz.

c) Nadmanganian potasowy cz. roztwór w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 rozpuścić 0,5 g nadmanganianu potasowego i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Roztwór jest trwały przez miesiąc.

d) Pirogalol cz., roztwór w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 rozpuścić 5 g pirogalolu, 25 g wodorotlenku potasowego cz. i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Roztwór jest trwały przez miesiąc.

e) Wodorotlenek potasowy cz.

f) Pirydyna cz.d.a. redestylowana o temperaturze wrzenia 114,5 - 115°C.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 11 maja 1968 r
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1969 r
(Mon Pol nr 27/1968 poz 185)

WYDAWNICTWA NORMATIZACYJNE Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 0 25 Nakł 1800 + 40 Zam 1821/68 Cena zł 1 20

g) Rtęć cz.d a. dwukrotnie destylowana.
h) Tionaften cz.
i) Woda utleniona cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
j) Żelatyna, roztwór 0,5-procentowy.

2.4. Przygotowanie roztworu wzorcowego tionaftenu. W 20 cm^3 kwasu octowego lodowatego rozpuścić 0,5 g tionaftenu odważonego z dokładnością do 0,0002 g. Roztwór wlać do kolby z trzema szyjkami, włączyć mieszadło i ogrzewać do temperatury 60°C. Za pomocą cechowanej pipety dodać 1,5 cm^3 wody utlenionej i utleniać w temperaturze 94 ±2°C w ciągu 90 min. Po ochłodzeniu zawartość kolby z trzema szyjkami przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić kwasem octowym do kreski.

2.5. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności po 100 cm^3 odmierzyć przy pomocy cechowanej mikrobiurety o pojemności 5 cm^3 i dokładności odczytu ±0,01 cm^3 kolejno 0,1; 0,3; 0,6; 1,5, 2,0; 2,5 i 3,0 cm^3 roztworu wzorcowego tionaftenu. Do każdej kolby dodać 1 cm^3 roztworu żelatyny, 5 cm^3 wody destylowanej i uzupełnić do kreski buforem pirydynowo-octowym. Do naczyńka elektrolitycznego Novaka wlać rtęć w takiej ilości, aby dno naczyńka było zakryte, a następnie kolejno około 15 cm^3 poprzednio przygotowanych roztworów. Rozpuszczony tlen usuwać z badanych roztworów strumieniem azotu z butli, który uprzednio przepuszczono przez zestaw wg 2.2 c) oraz płuczkę o pojemności 50 cm^3 zawierającą w ⅔ objętości bufor pirydynowo-octowy. Rejestrować fale polarograficzne w zakresie potencjałów od -0,2 do -1,5 V.

Na podstawie otrzymanych polarogramów określić natężenie prądu granicznego jako iloczyn wysokości fali polarograficznej wyrażonej w milimetrach oraz stosowanej czułości pomiaru. Następnie sporządzić wykres zależności natężenia prądu granicznego od zawartości tionaftenu w próbce, odkładając na osi odciętych wartości natężenia prądu granicznego, a na osi rzędnych stężenia tionaftenu w mg/100 cm^3.

2.6. Wykonanie oznaczenia. Próbkę należy pobrać wg PN/C-04333. W zależności od przewidywanej zawartości tionaftenu w badanym naftalenie odważyć z dokładnością do 0,0002 g próbki w ilościach podanych w tablicy.

Przypuszczalna zawartość tionaftenu w badanej próbce %	Odważka produktu g	Objętość dodawanego 30-procentowego roztworu wody utlenionej cm^3
0,01 - 0,1	5±0,2	0,05
powyżej 0,1 do 0,5	3±0,2	0,3
powyżej 0,5 do 1	1±0,2	0,3

Odważkę rozpuścić w 20 cm^3 kwasu octowego lodowatego i przenieść ilościowo do kolby z trzema szyjkami. Włączyć mieszadło i ogrzewanie. Po osiągnięciu temperatury 60°C wprowadzić cechowaną pipetą wodę utlenioną w ilości podanej w tablicy. Utlenianie prowadzić w temperaturze 94 ±2°C w ciągu 90 min. Utleniony produkt przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i dodać 30 cm^3 pirydyny redestylowanej. Po ochłodzeniu zawartości kolby do temperatury pokojowej dodać 5 cm^3 wody destylowanej i 1 cm^3 roztworu żelatyny, następnie dopełnić kolbę buforem pirydynowo-octowym do kreski. Wykonać polarogram wg 2.5. Po określeniu natężenia prądu granicznego oznaczyć zawartość tionaftenu w próbce z krzywej wzorcowej.

Zawartość tionaftenu w próbce (X) obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X = \frac{100\ C_n}{1000m} = \frac{C_n}{10m}$$

w którym:

C_n - stężenie tionaftenu odczytane z krzywej wzorcowej, mg/100 cm^3,

m - odważka próbki, g.

2.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się więcej niż o 3% od ich średniej arytmetycznej.

KONIEC

25 **BN-68/0511-09 Produkty węglopochodne Polarograficzne oznaczanie tionaftenu w naftalenie** **zmiana 1**
X 39 6 12 79 r

1 W punkcie 2 2d), zamiast 0,01—1,00 at, powinno być 0,98—98 MPa

2 W punkcie 2 6, zamiast obliczyć w procentach wagowych wg wzoru, powinno być obliczyć wagowo w procentach wg wzoru

(Biuletyn PKNMiJ nr 4/80 poz 27)