UKD 668.735.1:543.062:547.914

| | | |
|---|---|---|
| Produkty węglopochodne | NORMA BRANŻOWA<br>Produkty węglopochodne<br>Oznaczanie zawartości żywic w produktach benzolowych metodą utleniania | BN-66<br>0511-04<br><br>Grupa katalogowa X39 |

## 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości żywic w produktach benzolowych.

1.2. Normy związane

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

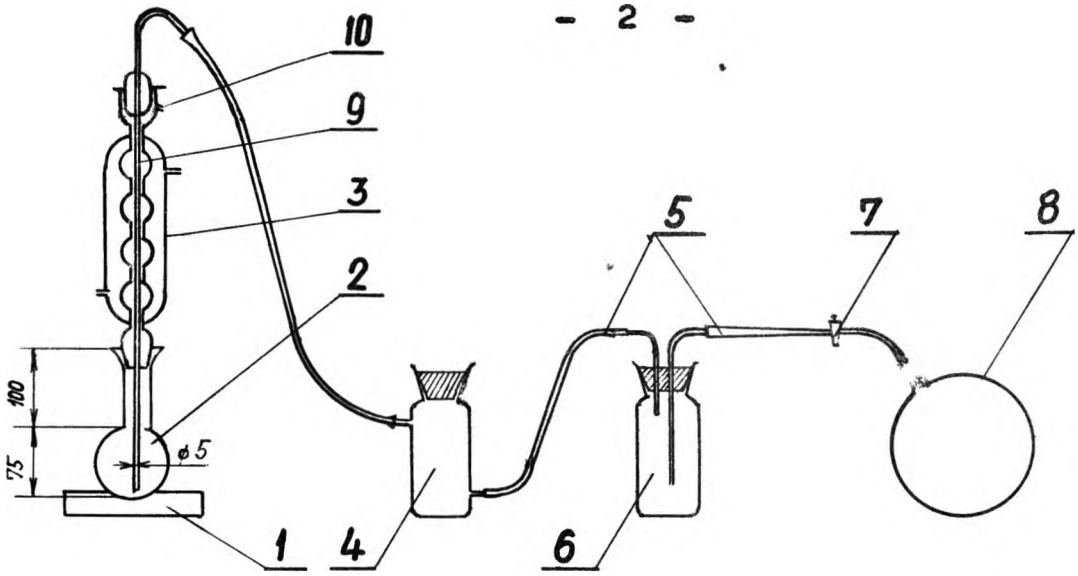
## 2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na utlenieniu związków nienasyconych tlenem, odparowaniu produktu benzolowego i zważeniu żywic.

2.2. Aparatura do utleniania zestawiona według rysunku, w skład której wchodzą:

Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali Zarządzeniem nr 55/66 dnia 23.XII.66 jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1.IV.1967 r. /Mon.Pol. nr ..... poz. .....




a/ łaźnia wodna elektryczna lub płytka grzejna elektryczna /1/ w zależności od temperatury wrzenia produktu,

b/ kolba kulista szklana ze szlifem /2/, pojemności 250 ml,

c/ chłodnica zwrotna kulkowa szklana /3/ o długości płaszcza 200 mm ze szlifami, z rurką szklaną /9/ osadzoną w niej za pomocą szlifu i sięgającą prawie do dna kolby oraz z otworem /10/ o średnicy 2 mm,

d/ wieża absorpcyjna wypełniona bezwodnym chlorkiem wapnia /4/,

e/ płuczka gazowa /z kwasem siarkowym/ pojemności 250 ml /6/

f/ dętka gumowa z tlenem /8/.

## 2.3. Dodatkowe przyrządy i materiały

a/ Cylinder mierniczy szklany pojemności 100 ml z działką elementarną 1 ml

b/ Chłodnica Liebiga długości 800 mm

c/ Nasadka destylacyjna szklana

d/ Parownica półkulista porcelanowa o średnicy wewnętrznej 54 ± 1,5 mm. Masa parownicy nie powinna przekroczyć 23 g

e/ Rozdzielacz szklany pojemności 250 ml

f/ Sączki z bibuły filtracyjnej fałdowane.

2.4. Odczynniki

a/ Kwas siarkowy cz. stężony /1,84/
b/ Wodorotlenek sodowy cz. roztwór 10 procentowy
c/ Tlen
d/ Alkohol metylowy cz.

2.5. Przygotowanie próbki. Próbkę badanego produktu pobraną i przygotowaną według PN/C-04333 w ilości 150 ml, przemyć w rozdzielaczu 15 ml 10 procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, wstrząsając przez 5 minut. Po odstaniu odpuścić dolną warstwę roztworu wodorotlenku do zlewki, przemyć produkt dwukrotnie 15 ml wody destylowanej, po oddzieleniu się warstw odpuścić wodę, po czym produkt przesączyć przez fałdowany sączek z bibuły filtracyjnej. Pierwsze 10 ml przesączu odrzucić.

2.6. Przygotowanie aparatury. Przed wykonaniem oznaczania przemyć kolbę oraz chłodnicę zwrotną kolejno: stężonym kwasem siarkowym, wodą destylowaną, 10 procentowym roztworem wodorotlenku sodowego oraz wodą destylowaną. Następnie wysuszyć w temperaturze około 100°C w ciągu 1 godziny i ochłodzić.

2.7. Wykonanie oznaczania. Do kolby odmierzyć cylindrem mierniczym 100 ml badanego produktu przygotowanego wg 2.5. i zestawić aparaturę zgodnie z rysunkiem. Następnie rozpocząć ogrzewanie oraz przepuszczanie tlenu. Tlen z dętki /8/ doprowadzać z szybkością 60 banieczek na minutę przez płuczkę z kwasem siarkowym /6/ i wieżę z chlorkiem wapnia /4/, regulując jego przepływ przy pomocy ściskacza /7/. Badaną próbkę utrzymywać w stanie spokojnego wrzenia przez okres 3 godzin.
Po upływie 3 godzin wyłączyć ogrzewanie, zamknąć dopływ tlenu, za pomocą ściskacza, odłączyć rurkę /9/ od wieży /4/, zdjąć chłodnicę zwrotną łącznie z rurką i na kolbę nałożyć nasadkę destylacyjną.
Otwór górny nasadki zamknąć zwykłym korkiem, zamontować i uruchomić chłodnicę wodną Liebiga, ponownie włączyć

ogrzewanie i oddestylować do cylindra miarowego 80 ml produktu. Pozostałość z kolby przelać do wysuszonej do stałej masy i odważonej z dokładnością do 0,2 mg parownicy, przepłukać kolbę mieszaniną destylatu i alkoholu metylowego w stosunku 1:10 i roztwór dołączyć do zawartości parownicy. Następnie należy parownicę umieścić na łaźni wodnej lub płycie grzejnej i ogrzewać w temperaturze 98-100°C do otrzymania suchej pozostałości.
Parownicę z pozostałością umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze 105 ± 2°C do stałej masy. Chłodzenie parownicy prowadzić w eksykatorze. Parownicę z zawartością zważyć z dokładnością do 0,2 mg na wadze analitycznej.

2.8. Obliczanie wyników. Zawartość żywic w badanym produkcie /X/ obliczyć w mg/100 ml wg wzoru:

$$X = m_1 - m_2$$

w którym:

$m_1$ - masa parownicy z pozostałością, mg
$m_2$ - masa parownicy pustej, mg.

2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się nie więcej niż o 2 mg.

K O N I E C