

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Prochy bezdymne	6093-06
	Oznaczanie zawartości dwufenyloaminy i centralitu	Zamiast RN-55/MPCh-953-5 oraz RN-55/MPCh-953-10
		Grupa katalogowa X 79

oraz w. prz PN-C-86200:98
w zał. nr. 1 i 2.

1. WSTĘP

Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości dwufenyloaminy i centralitu w prochach bezdymnych.

2. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI DWUFENYLOAMINY

2.1. Zasada oznaczania polega na zmydleniu prochu, oddestylowaniu z parą wodną dwufenyloaminy łącznie z centralitem, wyekstrahowaniu eterem, ogrzewaniu ze stężonym kwasem siarkowym w celu rozłożenia centralitu i oznaczenie zawartości dwufenyloaminy przez miareczkowanie roztworem bromku i bromianu potasowego.

2.2. Przyrządy

- Kolby kuliste pojemności 500 ml.
- Rozdzielacz pojemności 250 ml.
- Łaźnia wodna.
- Elektryczna płytka grzejna kryta.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz., 10-procentowy roztwór.
- Eter etylowy cz.
- Chlorek sodowy cz.
- Kwas siarkowy cz. (1,84).
- Alkohol etylowy cz.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy cz., roztwór 0,1n.
- Kwas solny cz. (1,17 + 1,19).
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1 g w 250 ml wody.
- Roztwór A o następującym składzie: 30 g bromku potasowego i 5,6 g bromianu potasowego, rozpuszczone w 1000 ml wody.

2.4. Wykonanie oznaczania. Około 3 g prochu, odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w kolbie kulistej pojemności 500 ml, dodać 250 ml 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, po czym kolbę połączyć z chłodnicą za pomocą nasadki destylacyjnej, umożliwiającą przerzucanie wrzącej cieczy z kolby do chłodnicy. Na drugi koniec chłodnicy nałożyć przedłużacz, którego koniec umieścić w rozdzielaczu. Do rozdzielacza wsypać 12 g chlorku sodowego i wlać 30 ml eteru etylowego.

Po zmontowaniu aparatury przepuszczać przez chłodnicę zimną wodę i kolbę z zawartością ogrzewać powoli na elektrycznej płytce grzejnej. Gdy struktura ziarna prochowego ulegnie zniszczeniu, zawartość kolby doprowadzić do wrzenia. Podczas wrzenia

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
dnia 15 lutego 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 października 1966 r.
(Mon. Pol. nr 21/1966 poz. 116)

cieczy dwufenyloamina i centralit oddestylowują z parą wodną. Destylację przerwać, gdy w kolbie destylacyjnej pozostanie około 50 ml cieczy (czas trwania destylacji około 2 godz).

Po tym czasie rozłączyć aparaturę, przemyć chłodnicę i przedłużacz niewielką ilością eteru, który należy dołączyć do eteru zawartego w rozdzielaczu. Rozdzielacz zamknąć korkiem, zawartość wstrząsnąć w ciągu 1 ÷ 2 min i odstawić na 2 godz.

Po odstaniu otworzyć kran rozdzielacza i spuścić dolną warstwę, oddzielając ją od górnej eterowej.

Wyciąg eterowy wlać do zlewki pojemności 100 ml, rozdzielacz przemyć eterem i dołączyć do wyciągu eterowego. Zlewkę umieścić na łaźni wodnej i odparować eter do sucha w temperaturze $50 \pm 55^{\circ}\text{C}$. Następnie wlać do zlewki 3 ml stężonego kwasu siarkowego i ogrzewać na łaźni wodnej przez 5 godz w temperaturze $75 \pm 80^{\circ}\text{C}$. Po ostudzeniu zawartość zlewki przelać do rozdzielacza, zlewkę trzykrotnie przemyć porcjami po 20 ml wody destylowanej. Wodę z przemycia wlać do rozdzielacza, do którego należy dodać: 40 ml wody destylowanej, 12 g chlorku sodowego i 30 ml eteru etylowego, którym uprzednio przemyto zlewkę po ogrzaniu z kwasem siarkowym.

Ekstrakcję przeprowadzić analogicznie jak po destylacji.

Ekstrakt eterowy wlać do kolby stożkowej pojemności 300 ml. Kolbę umieścić na łaźni wodnej i odparować eter w temperaturze $50 \pm 55^{\circ}\text{C}$ do objętości 2 ml. Następnie wlać 50 ml alkoholu etylowego, 20 ml roztworu A, dokładnie odmierzonego za pomocą biurety, i 5 ml kwasu solnego. Kolbę zamknąć korkiem, po czym całą zawartość kolby wymieszać energicznie w ciągu 1/2 min i dodać 10 ml roztworu jodku potasowego. Wydzielony jod odmiareczkować 0,1n roztworem tiosiarczanu sodowego. Roztwór w kolbie zabezpieczyć przed ulatnianiem się jodu, zamykając kolbę korkiem z otworem, w którym znajduje się wylot biurety.

Pod koniec miareczkowania dodać 2 ÷ 3 ml roztworu skrobi i miareczkować do zniknięcia niebieskiego zabarwienia.

W takich samych warunkach przeprowadzić próbę ślepą. W tym celu należy zmieszać 50 ml alkoholu etylowego, 20 ml roztworu A, 5 ml kwasu solnego, 10 ml 15-procentowego jodku potasowego, a następnie miareczkować 0,1n roztworem tiosiarczanu sodowego.

Zawartość dwufenyloaminy (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00211 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próby ślepej (średnia arytmetyczna 2 oznaczeń), ml,

V_2 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próbki badanej, ml,

m_1 - odważka prochu, g,

0,00211 - ilość dwufenyloaminy odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

2.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1%.

3. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI CENTRALITU

3.1. Zasada oznaczania polega na zmydleniu prochu, oddestylowaniu z parą wodną dwufenyloaminy i centralitu, wyekstrahowania ich eterem i oznaczaniu łącznej zawartości tych składników przez miareczkowanie roztworem bromku i bromianu potasowego. Z różnicy łącznej zawartości tych dwóch składników i oznaczonej poprzednio zawartości dwufenyloaminy oblicza się zawartość centralitu.

3.2. Wykonanie oznaczania przeprowadzić wg 2.4, z pominięciem dodawania kwasu siarkowego.

Łączną zawartość dwufenyloaminy i centralitu w przeliczeniu na dwufenyloaminę (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 0,00211 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

V_3 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, zużyta do miareczkowania próby ślepej, (średnia arytmetyczna 2 oznaczeń), ml,

V_4 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania próbki badanej, ml,

m_2 - odważka prochu, g,

0,00211 - ilość dwufenyloaminy odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

Zawartość centralitu (X_3) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,0067}{0,0021} \cdot (X_2 - X_1)$$

w którym:

0,0067 - ilość centralitu I, odpowiadająca 1 ml 0,1n tiosiarczanu sodowego, g,

0,0021 - ilość dwufenyloaminy, odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

3.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1%.

K O N I E C