

111 x 1

UKD 662.231.21:546.17.062:543.24

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Nitrocelulozy	6093-22
	Oznaczenie azotu metodą miareczkową	Grupa katalogowa X 79

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda miareczkowa oznaczania zawartości azotu w nitrocelulozie.

1.2. Zakres stosowania. Normę należy stosować przy badaniu nitroceluloz o zawartości azotu $10,3 \pm 13,45\%$.

1.3. Normy związane

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

BN-66/6093-14 Nitrocelulozy. Przygotowanie próbek do badań

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu nitrocelulozy rozpuszczonej w stężonym kwasie siarkowym, roztworem siarczynu żelazawo-amonowego i na potencjometrycznym wyznaczeniu końca miareczkowania.

2.2. Przyrządy. Zestaw do miareczkowania wg rysunku, w skład którego wchodzi:

a) Voltomierz lampowy o zakresie skali 0 ± 1000 mV z elektrodą platynową i grafitową lub urządzenie do miareczkowania do martwego punktu (deadstop) z podwójną elektrodą platynową.

b) Zlewka wysoka szklana pojemności 150 ml.

c) Naczynie z uchwytem na zlewkę i obiegiem wody chłodzącej o temperaturze poniżej 20°C .

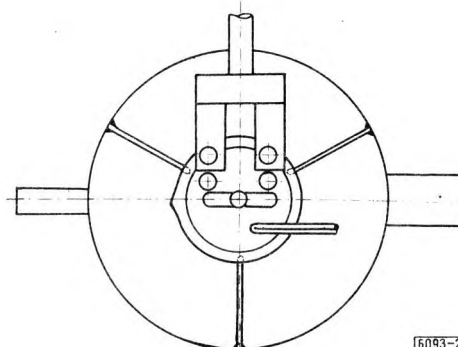
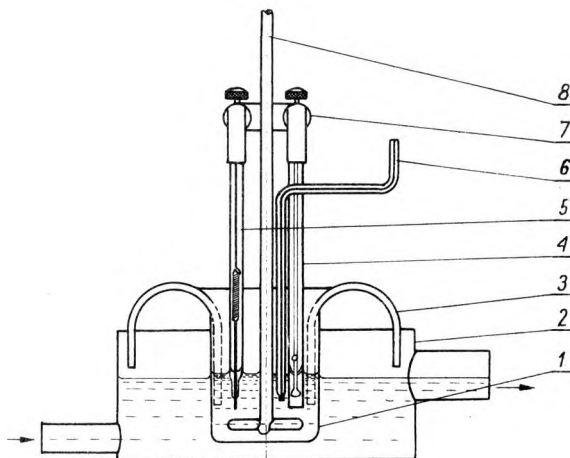
d) Biureta z automatycznym nastawieniem zera, z kurkiem i końcówką kapilarną, pojemności 10 ml z działką elementarną co 0,02 ml, I klasy dokładności, legalizowana.

e) Butla na roztwór do miareczkowania, połączona rurkami szklanymi z biuretą i aparatem Kippa.

f) Aparat Kippa do wytwarzania dwutlenku węgla.

g) Mieszadło szklane z napędem elektrycznym, z regulacją obrotów.

h) Młynek z napędem elektrycznym, jak do mieleńia mięsa, z sitkiem o średnicy otworów 4 mm.



Zestaw do miareczkowania

- 1 - zlewka pojemności 150 ml,
2 - naczynie z wodą chłodzącą,
3 - uchwyt zlewki, 4 - elektrody platynowa,
5 - elektrody grafitowa, 6 - końcówka kapilarna biurety,
7 - uchwyt elektrod, 8 - mieszadło szklane

2.3. Odczynniki

a) Dwuchromian potasowy cz.d.a., wysuszony w temperaturze 140°C w ciągu 3 ÷ 4 godz.

b) Dwufenyloamina cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy w 96-procentowym kwasie siarkowym cz.d.a.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
Ustanowiona przez Dyrektora ZPOiTS „Erg” dnia 22 listopada 1967 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1968 r.
(Mon. Pol. nr 11/1968 poz. 73)

- c) Kwas fosforowy cz.d.a. o stężeniu 85%.
 d) Kwas siarkowy cz.d.a. o stężeniu 98 ÷ 100%.
 e) Kwas siarkowy cz.d.a. o stężeniu 96%.

f) Siarczan żelazawo-amonowy (sześciowodny)³⁾ cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 196 g siarczanu żelazawo-amonowego rozpuścić w 700 ml wody destylowanej, dodać 250 ml kwasu siarkowego 96-procentowego, ostudzić i dopełnić wodą destylowaną do 1 l. W razie potrzeby przesączony przez lejek cylindryczny z filtrem ze szkła spekanego G3.

g) Mieszanina kwasowa sporządzona następująco: 150 ml kwasu siarkowego 96-procentowego i 150 ml kwasu fosforowego 85-procentowego, dopełnić wodą destylowaną do pojemności 1 l.

h) Kwas solny cz. (1,19), roztwór 1+1, do aparatu Kippa.

i) Kamień wapienny (co najmniej 98% CaCO₃) lub marmur biały do aparatu Kippa.

2.4. Oznaczenie normalności roztworu siarczanu żelazawo-amonowego. Odważyć około 0,2 g dwuchromianu potasowego z dokładnością do 0,0002 g, przemieścić ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 ml i rozpuścić w 50 ml wody destylowanej. Dodać 15 ml mieszaniny kwasowej i miareczkować roztworem siarczanu żelazawo-amonowego wobec 2 ÷ 3 kropel roztworu dwufenyloaminy.

Normalność roztworu siarczanu żelazawo-amonowego (n) obliczyć wg wzoru

$$n = \frac{g}{V \cdot 0,049032}$$

w którym:

- g - odważka dwuchromianu potasowego, g,
 V - objętość roztworu siarczanu żelazawo-amonowego użytego do miareczkowania, ml,
 0,049032 - milirównoważnik dwuchromianu potasowego, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 3 oznaczeń różniących się najwyżej o 0,0010.

Normalność roztworu siarczanu żelazawo-amonowego przechowywanego w atmosferze dwutlenku węgla sprawdzać raz na tydzień.

2.5. Przygotowanie próbek. Ze średniej próbki laboratoryjnej pobrać zgodnie z FN/C-04507 30 ÷ 50 g

³⁾ S61 mokra

nitrocelulozy nie mielonej, zwilżyć wodą w ilości 1:1 w stosunku do suchej nitrocelulozy i rozdrobnić w młynku (nitroceluloza mielona nie wymaga rozdrobnienia). Około 10 g tak rozdrobnionej nitrocelulozy podsuszyć do zawartości wilgoci nie większej niż 0,5% wg BN-66/6093-14 w suszarce elektrycznej.

2.6. Wykonanie oznaczenia. Około 0,2 g badanej nitrocelulozy przygotowanej wg 2.4 odważyć w naczynku wagowym i suszyć w temperaturze 110 ± 2°C w ciągu 30 min. Po tym czasie naczynko z zawartością ostudzić w eksykatorze z chlorkiem wapniowym, a następnie zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Nitrocelulozę przenieść do suchej zlewki do miareczkowania, a naczynko wagowe z pozostałą na ściankach nitrocelulozą zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Do zlewki z nitrocelulozą dodać 80 ml kwasu siarkowego 98 ÷ 100-procentowego, umieścić zlewkę w uchwycie naczynia, włączyć obieg wody chłodzącej i uruchomić mieszadło. Po rozpuszczeniu się nitrocelulozy, lecz nie dłużej niż po 10 min, rozpocząć miareczkowanie roztworem siarczanu żelazawo-amonowego. Podczas miareczkowania końcówka kapilarna biurety powinna być zanurzona w roztworze miareczkowanym na głębokość co najmniej 1 cm. Temperatura miareczkowanego roztworu nie powinna przekraczać 30°C. Pod koniec miareczkowania dodawać odczynnik porcjami po 0,01 ml. Miareczkowanie zakończyć w chwili skoku potencjału od wartości 600 ÷ 700 mV do wartości 350 ÷ 400 mV przy miareczkowaniu potencjometrycznym lub w chwili zmiany natężenia prądu wykazanej przez miernik przy miareczkowaniu do martwego punktu.

Zawartość azotu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot n \cdot 0,007003 \cdot 100}{g} = \frac{V \cdot n \cdot 0,7003}{g}$$

w którym:

- V - objętość roztworu siarczanu żelazawo-amonowego użytego do miareczkowania, ml,
 n - normalność roztworu siarczanu żelazawo-amonowego, oznaczona wg 2.3.1,
 g - odważka badanej nitrocelulozy, g,
 0,007003 - ilość azotu odpowiadająca 1 ml 1n roztworu siarczanu żelazawo-amonowego.

2.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczeń różniących się najwyżej o 0,06%.

K O N I E C