

PRODUKTY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki Antraceni	6193-17
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest antraceni stosowany jako odczynnik chemiczny.

Antraceni ma:

a) wzór sumaryczny $C_{14}H_{10}$

b) wzór budowy 

c) masę cząsteczkową, 178,23.

1.2. Normy związane

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki antracenu oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia antracenu czystego do analizy:

ANTRACEN p.a (cz.d.a.) BN-69/6193-17

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Antraceni powinien być ciałem stałym z fioletową fluorescencją, nierozpuszczalny w wodzie, łatwo rozpuszczalny w alkoholu etylowym, eterze, metanolu, chloroformie i benzynie.

Dla antracenu czystego dopuszcza się lekko żółte zabarwienie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		Metody badań wg
	cz.	cz.d.a.	
a) Temperatura topnienia, C, w granicach	215+218	216+218	PN/C-04513
b) Popiołu siarczanowego (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,1	0,05	5.2.2
c) Karbazolu przeliczonego z azotu, %, nie więcej niż	2,0	1,0	5.2.3
d) Rozpuszczalność w benzynie	klarowny wg 5.2.4		

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Antraceni cz. i cz.d.a. należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Znaki ostrzegawcze wykonać wg PN-67/0-79252 p. 2.3.3 i 2.3.5.

Wielkość opakowania: butelki o pojemności 100, 250, 500 g. Na życzenie odbiorców w porozumieniu z dostawcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

Antraceni cz. i cz.d.a. należy transportować zgodnie z przepisami dla materiałów łatwopalnych w krytych wagonach kolejowych lub samochodach ciężarowych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 50 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie temperatury topnienia należy wykonać zgodnie z PN/C-04513.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 18 grudnia 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 6/1970 poz. 62)

5.2.2. Oznaczanie zawartości popiołu siarczanowego

5.2.2.1. Odczynniki. Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

5.2.2.2. Wykonanie oznaczenia. Około 1 g badanego antracenu odważyć z dokładnością do 0,0002 g w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu porcelanowym, zadać 0,5 ml kwasu siarkowego i ogrzewać ostrożnie na łaźni piaskowej do odpędzenia kwasu siarkowego (zanik białych par), a następnie prażyć do stałej masy w temperaturze około 800°C.

Zawartość popiołu siarczanowego (X) jako SO_4^{2-} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 0,96 \cdot 100}{m_2} \quad (1)$$

w którym:

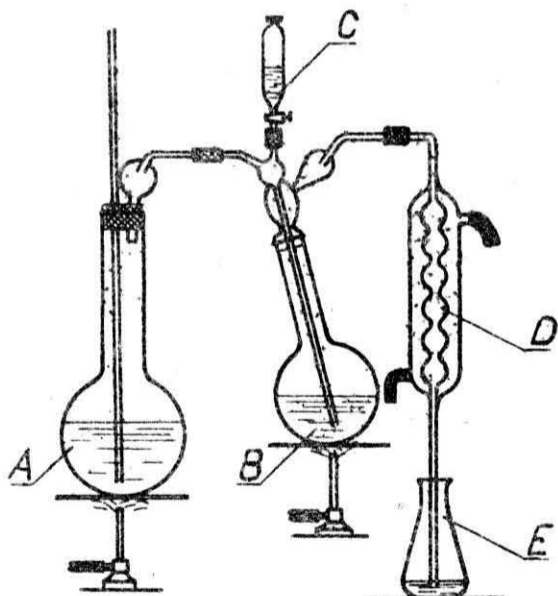
- m - masa tygla z popiołem, g,
- m_1 - masa pustego tygla, g,
- m_2 - odważka próbki, g,
- 0,96 - współczynnik przeliczeniowy na SO_4^{2-} .

5.2.2.3. Wyniki. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,02%.

5.2.3. Oznaczanie zawartości azotu

5.2.3.1. Aparatura. Aparat do odpędzenia amoniaku zestawiony jak na rysunku, składający się z:

- a) kolby do wytwarzania pary pojemności 1000 ml - A,
- b) kolby Kjeldahla pojemności 500 ml - B,
- c) wkraplacza - C,
- d) chłodnicy kulkowej - D,
- e) odbieralnika - E.



6193-17

5.2.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,01n.
- c) Czerwień metylowa, roztwór 0,1-procentowy.
- d) Katalizator: 300 g wysuszonego siarczanu potasowego rozetrzeć z 3 g sproszkowanego selenu i 1 g tlenku miedziowego.
- e) Wodorotlenek sodowy, roztwory: 40-procentowy i 0,01n.

5.2.3.3. Wykonanie oznaczenia. Około 1 g próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w kolbie Kjeldahla, wlać 15 ml kwasu siarkowego (1,84) i ogrzewać na łaźni wodnej tak długo, aż próbka całkowicie się rozpuści. Następnie ogrzewać kolbę przez 30 min małym płomieniem tak, aby dno kolby znajdowało się około 20 ÷ 25 mm nad końcem płomienia. Po wolnym ochłodzeniu dodać do kolby 15 g katalizatora i spłukać go 15 ml kwasu siarkowego (1,84). Następnie zawartość kolby ogrzewać płomieniem aż do rozjaśnienia roztworu i uzyskania zielononiebieskiego zabarwienia. Zawartość kolby ochłodzić, wlać 300 ml wody destylowanej i wrzucić kawałki porcelany.

Zmontować przyrządy jak na rysunku. Kolbę Kjeldahla połączyć z kolbą wytwarzającą parę wodną A i chłodnicą D z odbieralnikiem E i napełnionym 40 ml 0,01n kwasu siarkowego. Przez wkraplacz do kolby B wlać powoli 100 ml 40-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, pozostawiając na dnie niedużą ilość we wkraplaczu C. Destylować do uzyskania w odbieralniku około 150 ml kondensatu. W czasie destylacji kolbę z próbką należy podgrzać tak, aby para wodna nie kondensowała się.

Po zakończeniu destylacji dolny koniec chłodnicy dobrze spłukać wodą destylowaną i nadmiar kwasu siarkowego odmiareczkować 0,01n roztworem wodorotlenku sodowego w obecności kilku kropli czerwieni metylowej.

Zawartość azotu przeliczyć na karbazol (X) w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00167 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

- V - objętość 0,01n roztworu kwasu siarkowego w odbieralniku, ml,
- V_1 - objętość 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
- m_2 - odważka próbki, g,
- 0,00167 - równoważnik karbazolu odpowiadający 1 ml 0,01n roztworu kwasu siarkowego.

5.2.3.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2%.

5.2.4. Próba na rozpuszczalność w benzenie.

1,50 g antracenu cz.d.a. lub 1,00 g antracenu cz. zadać w kolbie stożkowej pojemności 100 ml 20 ml benzenu (czystego), a następnie podgrzewać pod chłodnicą zwrotną (na łaźni wodnej) w temperaturze około 80°C do całkowitego rozpuszczenia antracenu. Otrzymany w ten sposób roztwór powinien być klarowny. Po powtórnym ochłodzeniu roztworu powinny wykrystalizować się białe kryształki.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6193-17