

PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-90
	Potencjometryczne oznaczanie zawartości wody w produktach organicznych odczynnikiem van der Meulena	6020-01
		Zamiast BN-67/6020-01
		Grupa katalogowa 1029

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda potencjometrycznego oznaczania zawartości wody w produktach organicznych z zastosowaniem odczynnika van der Meulena.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować do oznaczania małej zawartości wody, poniżej 5%, w produktach organicznych, które rozpuszczają się w alkoholu metylowym lub z których alkohol ten całkowicie ekstrahuje wodę. Oznaczane produkty nie mogą reagować z odczynnikiem van der Meulena. Metoda przeznaczona jest do badania produktów będących surowcami, półfabrykatami lub wyrobami przemysłu włókien chemicznych, z wyjątkiem tych produktów, dla których w normach przedmiotowych podano inny sposób postępowania. Najmniejsza ilość wody, którą można oznaczyć w próbce, wynosi 0,005%.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na reakcji wody znajdującej się w badanej próbce z odczynnikiem van der Meulena, zawierającym między innymi dwutlenek siarki i jod, które zgodnie z reakcją Bunsena reagują z wodą. Oznaczanie zawartości wody przeprowadza się potencjometrycznie, wyznaczając punkt końcowy za pomocą aparatury wymienionej w 2.2.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Zestaw do miareczkowania potencjometrycznego. Do oznaczeń należy stosować jeden z niżej wymienionych aparatów:

— aparat do oznaczania wody firmy Metroholm AG CH 900 Hatti-San, typ 633 automat (Szwajcaria),

— aparat do oznaczania wody firmy Radiometer DTS 830 (Dania),

— zestaw wg PN-81/C-04959 p. 2.2.1,

— inny zestaw aparaturowy spełniający wymagania aparatów wymienionych wyżej.

b) Pozostałe przyrządy — wg PN-81/C-04959 p. 2.2.3a) b) i c) i PN-75/B-13021.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Jodek sodowy cz.d.a., wysuszony w temperaturze 120°C i przechowywany w eksykatorze nad żelazem krzemionkowym.

b) Jod cz.d.a.

c) Alkohol metylowy bezwodny przygotowany wg PN-81/C-04959 p. 2.5.1 lub alkohol β -etoksyetylowy cz.d.a. (Cellosolve) bezwodny lub przedestylowany w zwykłym zestawie destylacyjnym zabezpieczonym przed dostępem wilgoci z powietrza.

d) Octan sodowy bezwodny cz.d.a., wysuszony w temperaturze 120°C lub otrzymany z octanu sodowego uwodnionego cz.d.a. przez stopienie w parownicy i odparowanie wody w 120°C, a następnie roztarty w moździerzu porcelanowym i przechowywany w eksykatorze nad żelazem krzemionkowym lub pięciotlenkiem fosforu.

e) Siarczyn sodowy cz.d.a.

f) Kwas siarkowy stężony cz.d.a.

g) Dwutlenek siarki, roztwór nasycony, sporządzony w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 150 ml wlać 90 ml bezwodnego alkoholu metylowego. Kolbę zamknąć korkiem, przez który przechodzą dwie rurki — jedna doprowadzająca, sięgająca do dna kolby, druga odprowadzająca, zakończona kilka milimetrów pod korkiem. Na końcu obu rurek nałożyć wężyki gumowe z zaciskaczami śrubowymi. Kolbę wraz z alkoholem metylowym, z zamkniętymi zaciskami, zważyć na wadze technicznej, po czym połączyć rurkę doprowadzającą z kolbą stożkową pojemności 250 ml z siarczynem sodowym zwilżonym wodą, gdzie następnie jest wkraplany stężony kwas siarkowy. Między kolbę z alkoholem metylowym i siarczynem sodowym podłączyć dwie płuczki ze stężonym kwasem siarkowym i U-rurkę z żelazem krzemionkowym. Rurkę odprowadzającą połączyć z płuczką ze stężonym kwasem siarkowym i płuczką z 30% roztworem wodorotlenku sodowego. Po otwarciu zaciskaczy przepuszczać wydzielony z siarczynu dwutlenek siarki przez około 15 min, a następnie zamknąć zaciskacz, odłączyć kolbę i zważyć ponownie na wadze technicznej. Czynność tę powtarzać tak długo, aż przyrost masy będzie wynosił 23,7 g.

Zgłoszona przez Instytut Włókien Chemicznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Włókiennictwa dnia 19 marca 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i. Miar nr 7/1990, poz. 15)

h) Aqual — odczynnik van der Meulena — produkt handlowy.

2.4. Sporządzanie odczynnika van der Meulena i oznaczenie jego miana. W cylindrze pomiarowym pojemności 1 l z doszlifowanym korkiem rozpuścić 25 g jodku sodowego, 85 g bezwodnego octanu sodowego i 63,5 g jodu w 600 ml bezwodnego alkoholu metylowego. Następnie dodać roztwór dwutlenku siarki otrzymany wg 2.3g) i dopełnić do 1 l bezwodnym alkoholem metylo- wym otrzymanym wg 2.3c). Odczynnik należy przechowywać w dobrze zamkniętym naczyniu uszczelnionym parafiną, w ciemnym miejscu. Odczynnik nadaje się do użycia w ciągu 3 miesięcy.

Oznaczanie miana odczynnika van der Meulena przeprowadzić w następujący sposób: w zestawie do miareczkowania wg 2.2a) napełnić biuretę odczynnikiem van der Meulena. Do naczynia służącego do miareczkowania próbki wprowadzić z biurety 25 ml alkoholu metylowego i miareczkować go odczynnikiem van der Meulena, aż do osiągnięcia punktu końcowego (P_k). Następnie z pipety wagowej wprowadzić 15 ÷ 20 mg wody (jedna mała kropla). Ilość wody ustalić na podstawie różnicy masy. Roztwór zmiareczkować odczynni-kiem van der Meulena do uzyskania P_k .

W przypadku stosowania aparatury wytworzonej fabrycznie, stosować się ściśle do instrukcji przesłanej przez producenta.

Miano odczynnika obliczyć w miligramach wody na mililitr odczynnika jako średnią arytmetyczną trzech wyników otrzymanych wg wzoru

$$M = \frac{m_o}{v_o} \quad (1)$$

w którym:

m_o — odważka wody, mg,

v_o — objętość odczynnika van der Meulena użytego do miareczkowania próbki wody, ml.

Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,1 mg/ml.

2.5. Wykonanie oznaczenia. Do naczynia do miareczkowania w zestawie wg 2.2a) wprowadzić alkohol metylowy z biurety w ilości potrzebnej do rozpuszczenia próbki albo wyekstrahowania z niej wody lub zgodnie z przepisami wg normy przedmiotowej dotyczącej badanego produktu. Zmiareczkować odczynnikiem van der Meulena do osiągnięcia P_k . Następnie wprowadzić do tego samego naczynia próbkę badanego produktu w takiej ilości, żeby zawierała 10 ÷ 30 mg wody lub próbkę przygotowaną i odważoną zgodnie z przepisami wg metody dla badanego produktu. Zawartość naczynia dokładnie wymieszać za pomocą mieszadła i następnie, ciągle mieszając, miareczkować odczynnikiem van der Meulena do osiągnięcia P_k .

Miareczkowanie należy prowadzić w warunkach wykluczających przedostanie się wody z atmosfery.

Zamiast alkoholu metylowego można stosować alkohol β -etoksyetylowy (Cellosolve).

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość wody (X) w badanym produkcie obliczyć w % wg wzoru

$$X = \frac{v \cdot M \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

v — objętość odczynnika van der Meulena zużytego do zmiareczkowania wody zawartej w badanej próbce, ml,

M — miano odczynnika van der Meulena oznaczone wg 2.4,

m — odważka próbki, mg.

2.7. Podawanie wyników. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń równoległych. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać odpowiednio przy zawartości wody:

do 0,01% $\pm 0,002\%$

do 0,1% $\pm 0,01\%$

do 1,0% $\pm 0,1\%$

do 5,0% $\pm 0,2\%$.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Włókien Chemicznych, Łódź.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/6020-01. Wprowadzono do normy prosty sposób otrzymywania dwutlenku siarki z siarczynu sodowego i kwasu siarkowego stężonego, eliminując w ten sposób konieczność stosowania butli z SO_2 .

3. Normy związane

PN-75/B-13021 Szklany sprzęt laboratoryjny. Naczynia pomiarowe. Pipety

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

4. Autorzy projektu normy — inż. Alicja Miłosz, mgr inż. Serafina Sobczak, Instytut Włókien Chemicznych, Łódź.