

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-89/0682-11
	Analiza chemiczna surowców i węglików Oznaczanie zawartości parafiny w mieszankach metodą ekstrakcji w aparacie Soxhleta	Zamiast BN-79/0682-11
		Grupa katalogowa 0359

BN-89/0682-11 neq ISO 4495 i CT CЭB 4650-84

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości parafiny w mieszankach węglików metodą ekstrakcji w aparacie Soxhleta.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości parafiny w mieszankach w zakresie do 5%.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na ekstrakcji parafiny z mieszanki gorącym rozpuszczalnikiem w aparacie ekstrakcyjnym Soxhleta. Oznaczanie zawartości parafiny uzyskuje się z różnicy mas gilzy z próbką przed i po ekstrakcji.

2.2. Aparatura i materiały pomocnicze

a/ Aparat Soxhleta wg rysunku, składający się z następujących części:

- chłodnica kulkowa,
- ekstraktor Soxhleta o pojemności 100 cm³ z wkładką w postaci szklanej rurki o wymiarach 15 x 50 mm,
- kolba okrągłodenna o poj. 250 cm³

b/ Gilzy celulozowe o wymiarach 22 x 60. Gilzy handlowe można zastąpić wykonanymi z fałdowanych sączków średnich o średnicy 18,5 cm w postaci stożka i objętymi pierścieniem z drutu miedzianego. Wysokość gilzy powinna sięgać powyżej syfonu przelotowego.

c/ Łaźnia wodna z regulacją temperatury dla utrzymania szybkości parowania ekstrahenta ok. 25 cm³/min.

d/ Pęseta

e/ Rozpuszczalnik organiczny np. aceton, octan etylu, eter naftowy, czterochlorek węgla. Wymienione związki są związkami szkodliwymi a eter naftowy łatwopalny; należy stosować je zgodnie z przepisami bhp.

2.3. Wykonanie oznaczania

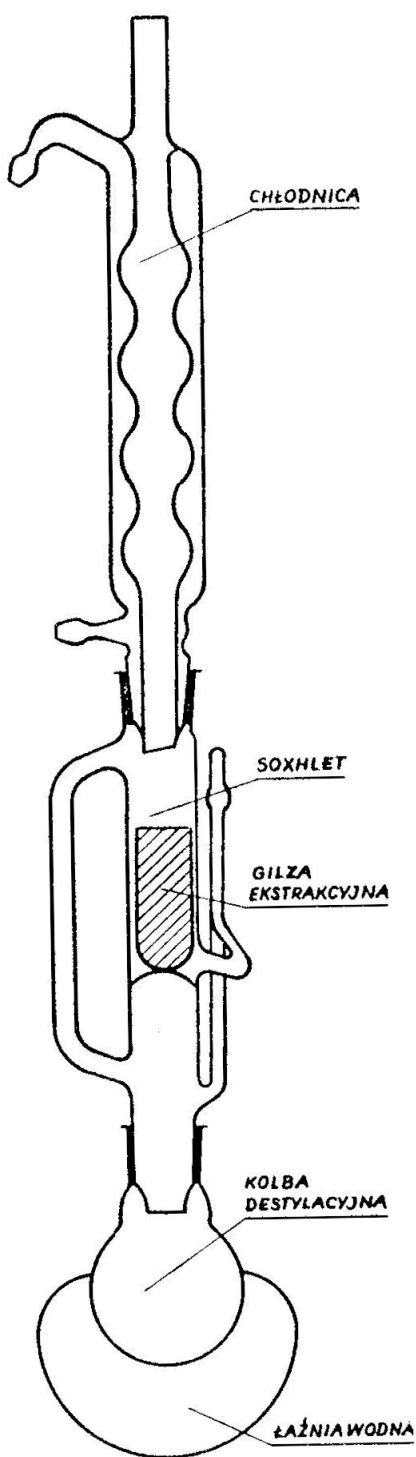
Odważyć z dokładnością $\pm 0,001$ g 20 g próbki przy zawartości parafiny do 2% lub 10 g próbki w przypadku, gdy przewidywana zawartość jest większa niż 2%. Odważkę przenieść do gilzy ekstrakcyjnej i zważyć gilzę wraz z proszkiem z dokładnością $\pm 0,001$ g. Następnie przenieść gilzę pęsetą do aparatu Soxhleta wypełnionego ekstrahentem w ilości 200 cm³, po zamknięciu aparatu włączyć ogrzewanie. Szybkość destylacji ekstrahenta powinna wynosić

HUTA BAILDON

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem nr 8/89 z dnia 1989.08.29, jako norma obowiązująca od dnia 1990.09.01.

25 cm³/min. W przypadku zbyt intensywnej destylacji /zbyt szybka destylacja zauważalna jest poprzez wyrzucanie skroplonego ekstrahenta u wylotu chłodnicy Soxhleta/ należy zmniejszyć ogrzewanie. Po upływie 2 h w momencie kiedy ekstrahent przepływa przez syfon przelewowy otworzyć aparat Soxhleta, wyjąć gilzę pęsetą, przenieść do zlewki niskiej pojemności 100 lub 150 cm³, umieścić na 45 min. w suszarce ogrzanej do temperatury o 20° wyższej od temperatury wrzenia ekstrahenta. Następnie wyjąć zlewkę z gilzą, odstawić na 2 h w celu wystudzenia i wyrównania poziomu wilgoci w gilzie w porównaniu z otoczeniem. Gilzę wraz z proszkiem wyważyć z dokładnością do 0,001 g.

Prace z zastosowaniem aparatu Soxhleta należy prowadzić pod wyciągiem z daleka od otwartych źródeł ognia i nie zabezpieczonych instalacji elektrycznych.



Rys.1 Schemat aparatu Soxhleta.

2.4. Obliczanie wyników. Zawartość parafiny /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \cdot 100,$$

w którym:

- m_1 - masa odważki proszku, g
- m_2 - masa gilzy wraz z proszkiem po ekstrakcji, g
- m_3 - masa gilzy wraz z proszkiem przed ekstrakcją, g

2.5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 0,1%.

INFORMACJE DODATKOWE do BN-89/0682-11

1. Instytucja opracowująca normę - Huta Baildon, Katowice

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-79/0682-11:

- a/ skrócono czas oznaczania przez usunięcie gilzy z aparatu Soxhleta zaraz po ekstrakcji parafiny, co pozwala wykorzystać aparaturę do następnej ekstrakcji bez konieczności studzenia i ponownego ogrzewania łaźni,
- b/ wydłużono czas suszenia w celu zapewnienia całkowitego wyparowania ekstrahenta.

3. Normy międzynarodowe:

ISO 4495 Lubricated metallic powders. Determination of lubricant - norma niezgodna
ST RWPG 4650-84. Порошки металлические. Метод определения содержания смазки - norma niezgodna.

4. Instytucja rozprawdzająca normę: Instytut Metalurgii Żelaza, 44-100 Gliwice,
ul. K. Miarki 12/14

5. Autorki projektu normy: inż. D. Lorkiewicz, mgr inż. Z. Kościelniak - Huta Baildon,
Katowice