

ROPA NAFTOWA GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Oznaczanie zawartości chloru aktywnego w związkach alkiloaromatycznych	0530-03
		Grupa katalogowa II 09

### 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości chloru aktywnego w związkach alkiloaromatycznych.

1.2. Określenia. Chlor aktywny - chlor znajdujący się w łańcuchach bocznych w rodnikach alkilowych związanych z pierścieniami aromatycznymi.

1.3. Zastosowanie. Metodę niniejszą można stosować do oznaczania chloru aktywnego w związkach alkiloaromatycznych zawierających również chlor przy węglach pierścieniowych.

#### 1.4. Normy związane

PN-61/C-04000 Przetwory naftowe. Pobieranie próbek

### 2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na przeprowadzeniu chloru aktywnego działaniem wodorotlenku potasowego w chlorek potasowy, a następnie zmiareczkowaniu go mianowanym roztworem azotanu srebra.

#### 2.2. Przyrządy

- a) Kolba stożkowa z korkiem szlifowanym pojemności 250 i 200 ml.
- b) Chłodnica zwrotna 5 ÷ 7 kulowa ze szlifem.
- c) Kolba pomiarowa pojemności 250 ml.
- d) Pipeta pomiarowa pojemności 25 ml.
- e) Mikrobiureta pojemności 5 ml.
- f) Tryskawka na wodę destylowaną.
- g) Cylinder pomiarowy pojemności 5, 25 i 50 ml.
- h) Lejek szklany o średnicy 7 cm.
- i) Płyta grzejna.

#### 2.3. Odczynniki i materiały

a) Wodorotlenek potasowy 1n roztwór alkoholowy sporządzony w następujący sposób: 14 g KOH cz.d.a. rozpuścić w 50 ml alkoholu etylowego i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić alkoholem etylowym do kreski i dokładnie wymieszać przez wstrząsanie.

- b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 2n.
- c) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- d) Chromian potasowy, roztwór 5-procentowy.
- e) Kwaśny węglan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- f) Papierki wskaźnikowe uniwersalne.
- g) Sączek jakościowy o średnicy 7 ÷ 9 cm.

**2.4. Przygotowanie przyrządów.** Stosowane do oznaczania przyrządy szklane przemyć mieszaniną chromową, wodą zwykłą, a następnie kilkakrotnie wodą destylowaną, po czym wysuszyć w suszarce.

**2.5. Przygotowanie próbki.** Próbkę badanego produktu pobraną zgodnie z PN-61/C-04000 przesączyć i dokładnie wymieszać.

**2.6. Przygotowanie ślepej próby.** Do kolby stożkowej pojemności 200 ml wlać 25 ml wody destylowanej, po czym postępować jak w 2.7 dodając ściśle te same ilości odczynników.

**2.7. Wykonanie oznaczania.** Odważyć w kolbie stożkowej pojemności 250 ml z dokładnością do 0,0002 g taką ilość badanego produktu, która zawiera od 0,05 ÷ 2,0 g chloru. Następnie wlać 25 ml 1n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego, wstawić pod chłodnicę zwrotną i utrzymać w stanie wrzenia w ciągu 1,5 godz. Po tym czasie całość ochłodzić do temperatury 20°C ± 3°C. Dolać 50 ml wody destylowanej i zubożyć 2n roztworem kwasu azotowego do reakcji słabo kwaśnej (pH) 5 ÷ 6 sprawdzając uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym, po czym dodać jeszcze 5 ml 2n kwasu azotowego. Zawartość kolby przesączyć przez sączek "średni" do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, przemyć dokładnie wodą destylowaną kolbę oraz lejek z sączkiem i dopełnić do kreski odpowiadającej 250 ml objętości wodą destylowaną. Zawartość kolby wymieszać przez energiczne wstrząsanie. Przenieść pipetą 25 ml otrzymanego roztworu chlorku potasowego do kolby stożkowej pojemności 200 ml, zubożyć 10-procentowym roztworem kwaśnego węglanu sodowego, sprawdzając uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym i dodać 2 ml 5-procentowego roztworu chromianu potasowego. Całość miareczkować 0,1n roztworem azotanu srebra do zmiany barwy z żółtej na pomarańczową, identyczną z barwą ślepej próby.

Zawartość chloru aktywnego w produkcie (X), w procentach wagowych, obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,003546 \cdot 10 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- 0,003546 - ilość chloru odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g,
- $V_1$  - objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra zużytego w oznaczaniu, ml,
- $V_2$  - objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra zużytego w ślepej próbie, ml,
- 10 - współczynnik do obliczenia całkowitej ilości chloru przy pobieraniu pipetą 25 ml z 250 ml.
- G - odważka badanego produktu, g.

**2.8. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się od ich średniej arytmetycznej o wartości większe niż:

- 10% przy zawartości chloru do 10%,
- 3% przy zawartości chloru od 10 do 20%,
- 2% przy zawartości chloru powyżej 20%.

K O N I E C