

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-87
	Odczynniki Aceton		6193-50
			Zamiast BN-79/6193-50
			Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest aceton stosowany jako odczynnik chemiczny.

Aceton ma:

- a) wzór sumaryczny C_3H_6O ,
b) wzór strukturalny $CH_3-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}-CH_3$,

- c) masę molową: 58,08 g/mol,
d) nazwę systematyczną propanon.

Aceton jest cieczą o charakterystycznym zapachu, łatwopalną. Jest toksyczny, działa jak narkotyk, porażając centralny system nerwowy.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki acetonu, oznaczone:

- cz.d.a. — czysty do analizy,
cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia acetonu czystego do analizy:

ACETON cz.d.a. BN-87/6193-50

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Aceton powinien być cieczą bezbarwną, przezroczystą, bez zanieczyszczeń mechanicznych. Miesza się w każdym stosunku z wodą, alkoholem etylowym i eterem.

Gęstość acetonu d_4^{20} jest zawarta w granicach $0,790 \div 0,793$ g/ml.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		Metody badań wg
	cz.d.a.	cz.	
a) Alkoholi (CH_3OH i C_2H_5OH), %(m/m), nie więcej niż	0,05	0,05	5.3.2 5.3.11
b) Zawartość acetonu (C_3H_6O), %(m/m), nie mniej niż	99,5	99,0	5.3.3

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		Metody badań wg
	cz.d.a.	cz.	
c) Nielotnej pozostałości, %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001	5.3.4
d) Kwasowość (w przeliczeniu na CH_3COOH), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,003	5.3.5
e) Zasadowość (w przeliczeniu na NH_3), %(m/m), nie więcej niż	0,001	0,001	5.3.6
f) Substancji redukujących nadmanganian potasowy (w przeliczeniu na O), %(m/m), nie więcej niż	0,0001	0,0002	5.3.7
g) Wody, %(m/m), nie więcej niż	0,3	0,5	5.3.8
h) Aldehydów (w przeliczeniu na $HCOH$), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,006	5.3.9
i) Substancji organicznych nierozpuszczalnych w wodzie	wg 5.3.10	wg 5.3.10	wg 5.3.10

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Aceton należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi w kraju przepisami¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią butelki ze szkła oranżowego wg PN-76/O-79561 z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Objętość opakowań 500 i 1000 ml.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od wymienionych opakowań.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 kwietnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar, nr 10/1987, poz. 25)

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001, umieszczając znak niebezpieczeństwa dla produktów ciekłych, zapalnych — nalepka wg wzoru nr 3 wg RID/ADR „Materiały ciekłe zapalne”.

4.2.3. Opakowania transportowe. Aceton należy dostarczać do dystrybutora w uprzednio dokładnie wyczyszczonych stalowych cysternach kolejowych napełnionych do 92% ich pojemności. Po skonfekcjonowaniu aceton należy pakować do:

a) skrzynek drewnianych zamkniętych wg BN-63/7161-06 odpornych na narażenia mechaniczne, sprawdzonych wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 2 i odmiany 1; pojedyncze butelki w skrzynkach należy zabezpieczać przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w 1 warstwie.

b) palet skrzynkowych z drutu typu UJC; pojedyncze butelki na paletach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać po 3 warstwy.

Opakowanie transportowe powinno być zgodne z obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo:

a) znak niebezpieczeństwa dla produktów ciekłych, zapalnych (nalepka wzór nr 3 wg RID/ADR).

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.

c) klasę niebezpieczeństwa — 3 (RID/ADR).

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm wg PN-81/M-78216.

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż dwukrotna długość krótszego boku palety.

4.4. Przechowywanie. Aceton powinien być przechowywany w magazynach przeznaczonych do przechowywania substancji łatwopalnych wg PN-70/C-80001 p. 5.

Dopuszczalną liczbę warstw składowania: dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy, dla palet skrzynkowych — 2 warstwy.

Okres gwarancji — 2 lata.

4.5. Transport. Aceton materiał niebezpieczny, klasy 3 p. 3b RID/ADR należy przewozić dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi, dla materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Dopuszczalną liczbę warstw ładowania dla skrzynek drewnianych — 2 warstwy, dla palet skrzynkowych — 1 warstwa.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),

b) oznaczanie zawartości alkoholi (w przeliczeniu na CH_3OH) (3.2a),

c) oznaczanie zawartości acetonu (3.2b),

d) oznaczanie nielotnej pozostałości (3.2c),

e) oznaczanie kwasowości (w przeliczeniu na CH_3COOH) (3.2d),

f) oznaczanie zasadowości (w przeliczeniu na NH_3) (3.2e),

g) oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasu (w przeliczeniu na O) (3.2f),

h) oznaczanie zawartości wody (3.2g),

i) oznaczanie zawartości aldehydów (w przeliczeniu na HCOH) (3.2h),

j) oznaczanie zawartości substancji organicznych nierozpuszczalnych w wodzie (3.2i).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek acetonu należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047 dla odczynnika cz.d.a., a wg PN-67/C-04500 dla odczynnika cz.

Wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 1000 ml.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Przy przeprowadzeniu badań należy przestrzegać wymagań wg PN-81/C-01055.

Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych — wzrokowo — nie uzbrojonym okiem.

5.3.3. Oznaczanie zawartości alkoholu metylowego i etylowego metodą chromatografii gazowej

5.3.3.1. Zasada metody. Metoda polega na chromatograficznym rozdzieleniu alkoholu metylowego i etylowego od głównego składnika z zastosowaniem detektora płomieniowo-jonizacyjnego i metody wzorca zewnętrznego do obliczeń.

5.3.3.2. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy wyposażony w:

— detektor płomieniowo-jonizacyjny o czułości umożliwiającej oddzielenie 0,01%(m/m) alkoholu metylowego w acetonie.

— dozownik próbek,

— termostat kolumn umożliwiający pracę w izotermie w zakresie 150 ÷ 200°C,

— rejestrator o poziomie szumów nie większym niż 0,2% pełnej skali i zakresie 0 ÷ 1 mV,

b) Mikrostrzykawki pojemności 1, 5, 10 µl.

5.3.3.3. Odczynniki i materiały

a) Parapak Q o granulacji 0,10 ÷ 0,12 mm.

b) Azot sprężony techniczny gatunku I wg PN-71/C-84912.

c) Powietrze sprężone wg PN-74/C-84913.

d) Wodór techniczny sprężony gatunku I wg PN-61/C-84908.

e) Substancje wzorcowe do chromatografii gazowej:

— toluen cz.d.a. lub heksan cz.d.a.

— alkohol metylowy cz.d.a.,

— alkohol etylowy cz.d.a.

5.3.3.4. Przygotowanie wypełnienia kolumny. Potrzebną ilość Parapaku Q o granulacji 0,10 ÷ 0,12 mm

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

(około 5 g) wysuszyć w temperaturze $150 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 24 h. Suche wypełnienie ostudzić w eksykatorze.

5.3.3.5. Przygotowanie kolumn chromatograficznych. Przygotowanym zgodnie z 5.3.3.3 wypełnieniem napełnić rurkę ze stali nierdzewnej o średnicy 3 mm i długości 3 m. Podczas napełniania rurkę należy wstrząsać wibratorem elektrycznym lub innym równorzędnym urządzeniem w celu równomiernego ułożenia wypełnienia kolumny. Kolumnę należy uznać za napełnioną, jeżeli poziom wypełnienia w rurce nie obniża się.

Końce kolumny zabezpieczyć kawałkami waty szklanej i siatką metalową. Napełnioną kolumnę wyprofilować w zależności od wielkości termostatu, umieścić w termostacie i podłączyć do dozownika, nie podłączając jej wylotu do detektora. Włączyć chromatograf zgodnie z instrukcją obsługi, ustalić przepływ gazu nośnego na poziomie 15 ml/min i stopniowo ogrzewać do 200°C (szybkość grzania $4^\circ\text{C}/\text{min}$). W tej temperaturze utrzymywać kolumnę minimum 10 h. Następnie wylot kolumny połączyć z detektorem i odczekać do uzyskania stabilnej linii zerowej, na rejestratorze.

5.3.3.6. Warunki oznaczania

a) wypełnienie kolumny — Parapak Q o granulacji $0,10 \div 0,12$ mm,

b) długość kolumny — 3 m (średnica kolumny — 3 mm),

c) temperatura pracy kolumny — 155°C ,

d) temperatura detektora — 250°C ,

e) temperatura dozownika — 180°C ,

f) typ detektora — FID,

g) gaz nośny — azot wg PN-71/C-84912 (szybkość przepływu 40 ml/min),

h) gazy pomocnicze:

— wodór wg PN-61/C-84908 (szybkość przepływu 30 ml/min),

— powietrze wg PN-74/C-84913 (szybkość przepływu 300 ml/min),

i) objętość próbki — 1 μl ,

j) szybkość przesuwu taśmy rejestratora — 0,5 cm/min,

k) wzorcowanie — mieszanina wzorcowa alkoholu metylowego w toluenie lub w heksanie.

Warunki rozdziału (faza ciekła, nośna, adsorbenty, długość kolumny, temperatura pracy kolumny i inne) powinny zapewniać dostateczne rozdzielanie alkoholu metylowego, etylowego od acetonu.

Dopuszcza się stosowanie innego wypełnienia kolumny chromatograficznej zapewniającego rozdział acetonu od zanieczyszczeń i oznaczanie ich na wymaganym poziomie (np. polietylenoglikol 400, polietylenoglikol 1500, polietylenoglikol 20M na chromosorbie WAW, Celicie 545 itp.).

5.3.3.7. Wykonanie oznaczania. Po osiągnięciu warunków pracy chromatografu podanych w 5.3.3.6 i stabilnej linii zerowej, wprowadzić do kolumny za pomocą mikrostrzykawki 1 μl próbki badanego produktu i zarejestrować chromatogram. Należy wykonać co najmniej 3 oznaczania. Identyfikację pików przeprowadzić na podstawie chromatogramu mieszanki wzorcowej

składającej się z acetonu, alkoholu metylowego i alkoholu etylowego.

Z otrzymanego chromatogramu próbki badanej wyznaczyć jednym z przyjętych sposobów powierzchnię pików alkoholu metylowego i alkoholu etylowego.

5.3.3.8. Wzorcowanie. Wzorcowanie wykonuje się metodą wzorca zewnętrznego. W tym celu należy wykonać analizę mieszanki wzorcowej zawierającej około 0,05% (m/m) alkoholu metylowego w toluenie lub w heksanie w takich samych warunkach oznaczania, jak badanej próbki. Należy wykonać trzy oznaczania mieszanki. Z otrzymanego chromatogramu mieszanki wzorcowej wyznaczyć takim samym sposobem jak i próbki badanej powierzchnię pików alkoholu metylowego. Do obliczeń przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 10% mniejszego wyniku.

5.3.3.9. Obliczanie wyników

a) Zawartość alkoholu metylowego (X_1) w próbce badanej obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{E_1 \cdot A_1}{A_E} \quad (1)$$

w którym:

E_1 — zawartość alkoholu metylowego w mieszaninie wzorcowej, % (m/m),

A_1 — powierzchnia pików alkoholu metylowego w próbce badanej, mm^2 ,

A_E — powierzchnia pików alkoholu metylowego w mieszaninie wzorcowej, mm^2 .

b) Zawartość alkoholi metylowego i etylowego (X_2) w próbce badanej obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_2 = X_1 + \frac{f_2 \cdot E_1 \cdot A_2}{A_E} \quad (2)$$

w którym:

X_1 — zawartość alkoholu metylowego w próbce badanej wyznaczona wg 5.3.3.9a), % (m/m),

f_2 — teoretyczny współczynnik kalibracyjny alkoholu etylowego w stosunku do alkoholu metylowego wyznaczonego wg wzoru

$$F_2 = \frac{M_2 \cdot n_E}{M_E \cdot n_2} \quad (3)$$

w którym:

M_2 — masa molowa alkoholu etylowego 46,07 g/mol,

n_E — ilość węgli efektywnych w alkoholu metylowym,

M_E — masa molowa alkoholu metylowego, 32,04 g/mol,

n_2 — ilość węgli efektywnych w alkoholu etylowym,

E_1, A_E — oznaczenia jak w a) wzór (1),

A_2 — powierzchnia pików alkoholu etylowego w próbce badanej, mm^2 .

Dopuszcza się stosowanie metody spektrofotometrycznej oznaczania alkoholi wg 5.3.12.

5.3.3.10. Oznaczanie zawartości acetonu. Na chromatogramach próbki badanej sporządzonych wg 5.3.3.7 wyznaczyć powierzchnię pozostałych pików pochodzących od zanieczyszczeń (jeżeli występują).

Przeprowadzić identyfikację tych pików metodą chromatograficzną. Obliczyć zawartość każdego składnika (przyjmując alkohol metylowy jako wzorzec wewnętrzny) wg wzoru

$$X_{i(1, 2...)} = \frac{f_{i(1, 2...)} \cdot E_1 \cdot A_{i(1, 2...)}}{A_E} \quad (4)$$

w którym:

E_1, A_E — jak we wzorze (1) 5.3.3.9a),

$X_{i(1, 2...)}$ — zawartość poszczególnych zanieczyszczeń, % (m/m),

$f_{i(1, 2...)}$ — teoretyczny współczynnik kalibracyjny składnika $i(1, 2...)$ w stosunku do alkoholu metylowego

$$f_{i(1, 2...)} = \frac{M_{i(1, 2...)} \cdot n_E}{M_E \cdot n_{i(1, 2...)}} \quad (5)$$

gdzie:

$M_{i(1, 2...)}$ — masa molowa składnika $i(1, 2...)$, g/mol,

$n_{i(1, 2...)}$ — ilość węgli efektywnych w składniku $i(1, 2...)$,

M_E, n_E — jak we wzorze (3).

Zsumować otrzymane zawartości zanieczyszczeń.

Zawartość acetonu X_3 wyznaczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_3 = 100 - (X_2 + \sum_{i=1}^{i_n} X_{i(1, 2...)} + W) \quad (6)$$

w którym:

X_2 — zawartość alkoholi wyznaczona wg 5.3.3.9b), % (m/m),

$\sum_{i=1}^{i_n}$ — zsumowane zawartości zanieczyszczeń, % (m/m),

W — zawartość wody oznaczona wg 5.3.8, % (m/m).

5.3.4. Oznaczanie nielotnej pozostałości wykonać zgodnie z PN-78/C-04957, pobierając do badania 200 mg (250 ml) acetonu. Aceton odparować w parownicy szklanej na łaźni wodnej.

5.3.5. Oznaczanie kwasowości (w przeliczeniu na CH_3COOH)

5.3.5.1. Zasada metody. Metoda polega na reakcji zobojętniania kwasu zasadą i określeniu punktu równoważnikowego reakcji za pomocą fenoloftaleiny.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana wg PN-81/C-06500 p. 2.2.7.2.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$.

c) Fenoloftaleina roztwór alkoholowy, 0,1% (m/m).

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 100 ml odmierzyć 25 ml wody, dodać

0,1 ml fenoloftaleiny i miareczkować roztwór z mikrobiurety wodorotlenkiem sodowym do chwili uzyskania różowego zabarwienia utrzymującego się w ciągu 1 min. Następnie do roztworu dodać 20,00 g (25 ml) acetonu i kontynuować miareczkowanie wodorotlenkiem sodowym do pojawienia się różowego zabarwienia utrzymującego się w ciągu 30 s.

Kwasowość (X_4) w przeliczeniu na CH_3COOH , obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,0006 \cdot 100}{V_1 \cdot \rho_4^{20}} \quad (7)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

0,0006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$, g,

V_1 — objętość badanego acetonu, ml,

ρ_4^{20} — gęstość badanego acetonu oznaczona areometrem, g/ml.

5.3.6. Oznaczanie zasadowości (w przeliczeniu na NH_3)

5.3.6.1. Zasada metody. Metoda polega na reakcji zobojętniania zasady kwasem i określeniu punktu równoważnikowego wobec czerwieni metylowej.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-81/C-06500 p. 2.2.72.

b) Kwas siarkowy, roztwór mianowany o $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,0100 \text{ mol/l}$.

c) Kwas solny, roztwór mianowany o $c(\text{HCl}) = 0,0100 \text{ mol/l}$.

d) Czerwień metylowa, roztwór alkoholowy, 0,1% (m/m).

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. 40,00 g (50,00 ml) badanego acetonu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml zawierającej 25 ml wody. Dodać 0,1 ml czerwieni metylowej, wymieszać i miareczkować z mikrobiurety roztworem kwasu solnego lub siarkowego do zmiany zabarwienia z żółtego na pomarańczowe.

Zasadowość (X_5) w przeliczeniu na NH_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{V_2 \cdot 0,00017 \cdot 100}{V_3 \cdot \rho_4^{20}} \quad (8)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,0100 \text{ mol/l}$ lub objętość roztworu kwasu siarkowego o $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,0100 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

0,00017 — ilość amoniaku odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,0100 \text{ mol/l}$ lub roztworu kwasu siarkowego o $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,0100 \text{ mol/l}$, g,

V_3 — objętość badanego acetonu, ml,

ρ_4^{20} — gęstość badanego acetonu oznaczona areometrem, g/ml.

5.3.7. Oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy (w przeliczeniu na O)

5.3.7.1. Zasada metody. Metoda polega na reakcji redukcji KMnO_4 w środowisku obojętnym i odbarwianiu roztworu. Ilość miligramów nadmanganianu w przeliczeniu na O, która uległa odbarwieniu zależy od ilości substancji redukujących.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory. Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany o $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,0100 \text{ mol/l}$, świeżo przygotowany. 1 ml roztworu odpowiada 0,00008 g tlenu.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. 80,00 g (100,00 ml) badanego acetonu umieścić w kolbie stożkowej na szlif pojemności 100 ml i ochłodzić w kąpeli wodnej do temperatury 15°C . Następnie dodać z mikrobiurety dla odczynnika cz.d.a. — 1,0 ml, dla odczynnika cz. — 2,0 ml roztworu nadmanganianu potasowego. Zawartość kolby ostrożnie wymieszać i umieścić w ciemnym miejscu w kąpeli wodnej o temperaturze 15°C . Badany aceton odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie roztworu nie zmienia się w ciągu 2 h.

5.3.8. Oznaczanie zawartości wody

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04959.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania — wg PN-81/C-04959 metodą bezpośrednią z zastosowaniem odczynnika Karola Fischera. Jako rozpuszczalnik należy stosować pirydynę, do oznaczania pobrać $5,0 \div 10,0 \text{ g}$ ($6,5 \div 13 \text{ ml}$) badanego acetonu. Dopuszcza się stosowanie odczynnika van der Meulena i rozpuszczalnik alkohol metylowy.

5.3.9. Oznaczanie zawartości aldehydów (w przeliczeniu na HCOH)

5.3.9.1. Zasada metody. Metoda polega na barwnej reakcji *p*-fuksyny zasadowej z aldehydami w środowisku kwaśnym. Pod wpływem ogrzewania tworzy się rozpuszczalny związek o barwie różowej, którego intensywność zależy od stężenia aldehydów. Zawartość aldehydów określa się wizualnie przez porównanie ze skalą wzorców.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik fuksynosiarkowy (odczynnik Schiffa) przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.45.

b) Formaldehyd, roztwór wzorcowy roboczy. Przygotować roztwór wzorcowy podstawowy wg PN-81/C-06503 p. 2.2.2.5 i rozcieńczyć ($10 + 990$).

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,01 mg HCOH .

5.3.9.3. Wykonanie oznaczania. 0,80 g (1,0 ml) badanego acetonu umieścić w kolbie stożkowej na szlif pojemności 50 ml i dodać 18 ml wody. Roztwór umieścić na 15 min w kąpeli wodnej o temperaturze 20°C . Następnie dodać 2 ml odczynnika Schiffa i ponownie umieścić na 30 min w kąpeli wodnej o temperaturze 20°C .

Badany aceton odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe różowe zabarwienie roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczytnika cz.d.a. — 0,016 mg HCOH ,
dla odczytnika cz. — 0,048 mg HCOH .

5.3.10. Oznaczanie substancji organicznych nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.10.1. Zasada metody. Metoda polega na porównaniu klarowności próbki z klarownością wody stosowanej jako odnośnik w przechodzącym świetle na ciemnym tle.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 25 ml badanego acetonu umieścić w kolbie stożkowej (lub cylindrze) z bezbarwnego szkła pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 25 ml wody i dobrze wymieszać. Badany aceton odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nie wystąpi zmętnienie próby badanej i nie będzie się ona różnić po upływie 30 min od 50 ml wody umieszczonej w takiej samej kolbie (lub cylindrze) porównywanych w przechodzącym świetle na ciemnym tle.

Wykonanie oznaczania można przeprowadzić również w probówkach z bezbarwnego szkła.

5.3.11. Inna metoda oznaczania zawartości alkoholi (metoda kolorymetryczna)

5.3.11.1. Zasada metody. Metoda polega na utlenieniu alkoholi nadmanganianem potasowym w środowisku kwaśnym do aldehydów, które w reakcji z kwasem chromotropowym w środowisku silnie kwaśnym dają czerwono-fioletowe zabarwienie o intensywności zależnej od ilości aldehydów.

Zawartość alkoholi proporcjonalną do ilości powstałych aldehydów określa się fotometrycznie lub wizualnie przez porównanie ze skalą wzorców.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy, roztwór o $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ i roztwór ($1 + 3$).

b) Nadmanganian potasowy, roztwór 5%(m/m).

c) Sól dwusodowa kwasu chromotropowego, roztwór przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 5 g soli w 50 ml wody i w razie potrzeby przesączyć (roztwór I). Roztwór przechowywać w ciemnej, szczelnie zamkniętej butelce. Trwałość roztworu 3 dni. Odmierzyć 4 ml tego roztworu i mieszając dodać ostrożnie 98 ml kwasu siarkowego o $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ (roztwór II). Trwałość roztworu 1 dzień.

d) Siarczyn sodowy, roztwór nasycony.

e) Alkohol metylowy, roztwór wzorcowy roboczy. Przygotować roztwór wzorcowy podstawowy wg PN-81/C-06503 p. 2.2.3 i rozcieńczyć ($10 \div 990$).

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,01 mg CH_3OH .

5.3.11.3. Przyrządy

a) Kuwety szklane o grubości warstwy pochłaniającej 5 cm.

b) Spektrokolorymetr „Specol”.

5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 25 ml odmierzyć kolejno: 0,0, 0,5, 1,0, 2,0 i 3,0 ml roztworu wzorcowego roboczego, co odpowiada: 0,0, 0,005, 0,01, 0,02 i 0,03 mg CH_3OH . Objętość roztworów uzupełnić wodą destylowaną do 5 ml, dodać 0,4 ml roztworu kwasu siarkowego ($1+3$), 0,3 ml roztworu nadmanganianu po-

tasowego i pozostawić w temperaturze pokojowej na 10 min.

Następnie dodawać do kolb kroplami roztwór siarczynu sodowego do odbarwienia roztworów, potem ostrożnie po 6 ml roztworu kwasu chromotropowego (roztwór II), wymieszać i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Po ogrzaniu uzupełnić objętości roztworów wodą do kreski, oziębić do temperatury około 20°C, ponownie uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i zmierzyć absorbancję roztworów wobec roztworu kontrolnego nie zawierającego alkoholu metylowego przy długości fali 565 nm.

Dla każdego stężenia wykonać po trzy oznaczenia. Obliczyć jako średnią arytmetyczną wartość absorbancji i sporządzić wykres, nanosząc na osi odciętych stężenia alkoholu metylowego w mg, a na osi rzędnych odpowiadające im absorbancje.

5.3.11.5. Wykonanie oznaczania. 2,0 g (2,5 ml) badanego acetonu umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 ml tak przygotowanego roztworu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 25 ml i dalej wykonać oznaczanie jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej w 5.3.11.4.

Zawartość alkoholi (X_6) w przeliczeniu na metanol (CH_3OH), obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m \cdot 50 \cdot 100}{V_4 \cdot \rho_4^{20} \cdot 1000} = \frac{m \cdot 5}{V_4 \cdot \rho_4^{20}} \quad (9)$$

w którym:

m — zawartość alkoholu metylowego (CH_3OH) odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

V_4 — objętość badanego acetonu, ml,

ρ_4^{20} — gęstość badanego acetonu, oznaczona areometrem, g/ml.

Dopuszcza się wizualne zakończenie oznaczania, porównując powstałe różowofioletowe zabarwienie roztworu z zabarwieniem roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg CH_3OH ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg CH_3OH .

Badany aceton odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie będzie równe lub mniej intensywne od zabarwienia roztworu porównawczego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice, Mazowieckie Zakłady Rafineryjne i Petrochemiczne — Płock.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-79/6193-50

a) wprowadzono oznaczanie zawartości procentowej acetonu metodą chromatografii gazowej, a wyeliminowano oznaczanie zakresu temperatur destylacji,

b) wyeliminowano oznaczanie zakresu gęstości w wymaganiach szczegółowych,

c) zaostorzono zawartość nielotnej pozostałości, substancji redukujących nadmanganian potasowy, aldehydów dla obu gatunków oraz zawartość wody dla gatunku cz.d.a. i zasadowość dla gatunku cz. zgodnie z wymaganiami RWPG,

d) złagodzono zawartość alkoholi dla gatunku cz. zgodnie z wymaganiami RWPG.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-78/C-04957 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości nielotnej

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

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84914 Powietrze sprężone

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200 — EUR

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79561 Opakowania szklane do artykułów chemicznych.

Butelki i słoje do odczynników. Wymagania i badania

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami
Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1986 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Normy międzynarodowe

RWPG CT 4275-83 Реактивы. Ацетон

5. Symbol wg ŚWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

6. Autorzy projektu normy — inż. Krystyna Brachaczek — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice, inż. Krystyna Dorocka — Mazowieckie Zakłady Rafineryjno-Petrochemiczne — Płock.