

Produkty węglopodobne	NORMA BRANŻOWA	BN=69 0511-10
	Smoła i pak dla przemysłu elektrodowego Oznaczanie składników nierozpuszczalnych w benzenie oraz zawartości popiołu	Grupa katalogowa X 39

1. W S T Ę P

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania składników nierozpuszczalnych w benzenie oraz zawartości popiołu w surowcach smołowo-pakowych dla przemysłu elektrodowego w przeliczeniu na produkt bezwodny.

1.2. Normy związane

- PN/C-04333 Produkty węglopodobne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Przygotowanie próbki do badania. W średniej próbce laboratoryjnej badanego produktu, przygotowanej zgodnie z PN/C-04333 należy oznaczyć zawartość wody wg PN-66/C-04523.

2.2. Oznaczanie składników nierozpuszczalnych w benzenie

2.2.1. Zasada oznaczania polega na dwukrotnej ekstrakcji benzenem badanej próbki w temperaturze wrzenia, odsączeniu części nierozpuszczalnych, wysuszeniu w temperaturze 105°C do stałej masy i obliczeniu wyniku w stosunku do produktu bezwodnego.

Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr 10 z dnia 3.III.69 jako norma w zakresie metod badań surowców smołowo-pakowych od dnia 1.VII.1969 r. /Mon.Pol. nr poz...../

2.2.2. Przyrządy, materiały, odczynniki

- a/ Chłodnica wodna zwrotna, kulkowa
- b/ Kolba stożkowa pojemności 200 ml
- c/ Kolba próżniowa szklana pojemności 500 ml
- d/ Łaźnia wodna
- e/ Filtr metalowy /aluminiowy lub mosiężny wg rys.1-3/
- f/ Sączi z bibuły filtracyjnej miękkiej i twardej o średnicy 38 mm
- g/ Suszarka
- h/ Benzen cz.

2.2.3. Przygotowanie filtra. Filtr metalowy wg 2.2.2.e/ należy przygotować w następujący sposób: po odkręceniu nakrętki 4 i zdjęciu cylindrycznego zbiornika 3 do pierścienia 1 na siatkowe dno 2 nałożyć sączi z bibuły 5, najpierw twardy potem miękki, o średnicy 38 mm. Następnie należy założyć z powrotem zbiornik 3 i umocować nakrętkę 4 tak silnie, aby obwodowe krawędzie sącza 5 zostały silnie i szczelnie zaciśnięte pomiędzy występem pierścienia 1 a dolną krawędzią zbiornika 3. Tak przygotowany filtr metalowy należy wysuszyć w temperaturze $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ w ciągu 1 godziny, następnie ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Pierścień 1 wraz ze zbiornikiem 3 osadzić na tulei 6.

2.2.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odważyć około 7 g smoły lub 3 g paku z dokładnością do 0,0002 g i zalać 100 ml benzenu. Następnie nałożyć na kolbę chłodnicę zwrotną, ogrzać do wrzenia na łaźni wodnej i utrzymywać w stanie wrzenia przez okres 1 godziny. Następnie należy zdekantować roztwór, przesączając przez filtr metalowy wg 3.1.2.e/ /przygotowany wg 3.1.3.1./ . Zalać powtórnie 100 ml benzenu i utrzymywać w stanie wrzenia przez okres 1/2 godziny. Następnie zawartość kolby odsączyć pod próżnią na gorąco przez ten sam filtr metalowy. Kolbę i osad na filtrze przemywać następnie gorącym benzenem w ilości 200 ml. Filtr z osadem suszyć w temperaturze $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ /w ciągu około 1 godziny/ do stałej masy.

Po ochłodzeniu w eksykatorze do temperatury pokojowej zważyć z dokładnością do 0,0002 g

2.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość w smole lub paku składników nierozpuszczalnych w benzenie w przeliczeniu na produkt bezwodny X_1 należy obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m/100 - W} \cdot 10^4 \quad /1/$$

w którym:

m - odważka badanego produktu, g

m_1 - masa filtra z osadem, g

m_2 - masa filtra, g

W - zawartość wody w badanej próbce, oznaczona wg
PN-66/C-04523, %

2.2.6. Ilość oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia. Dla celów bieżącej kontroli ruchu dopuszcza się wykonanie jednego oznaczenia.

2.2.7. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,3 % bezwzględnych.

2.2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników zgodnych z wymaganiami 2.2.7.

2.3. Oznaczanie zawartości popiołu

2.3.1. Zasada oznaczania polega na spaleniu składników nierozpuszczalnych w benzenie i przeliczeniu masy otrzymanego popiołu na badany produkt, z którego otrzymano składniki nierozpuszczalne w benzenie, w stanie bezwodnym.

2.3.2. Przyrządy

a/ Piec muflowy elektryczny zaopatrzony w termoregulator, umożliwiający utrzymanie temperatury $800 \pm 25^\circ\text{C}$.

b/ Naczynko porcelanowe o wymiarach 30 x 40 x 10 mm.

2.3.3. Wykonanie oznaczania. Wysuszony osad części nierozpuszczalnych w benzenie otrzymanych wg 2.2.4. przenieść do wyprażonego do stałej masy naczynka wg 2.3.2.b/ i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Naczynko z odważką wstawić do pieca muflowego ogrzanego do temperatury $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ i spalić przy dostępie powietrza do stałej masy /około 2 godziny/. Naczynko wstawiać do pieca należy stopniowo, aby ogrzanie osadu nie nastąpiło zbyt gwałtownie.

W przypadku spalania w muflii pozbawionej otworów do wymiany powietrza drzwi muflii należy co pewien czas otwierać, umożliwiając dostęp powietrza do osadu. Po spaleniu w ten sposób składników nierozpuszczalnych w benzenie, przenieść naczynko do eksykatora i po osiągnięciu temperatury pokojowej zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu w składnikach nierozpuszczalnych w benzenie X_2 / obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \quad /2/$$

w którym:

m - masa części nierozpuszczalnych w benzenie, g

m_1 - masa naczynka, g

m_2 - masa naczynka z popiołem, g

Procentową zawartość popiołu X_3 / w smole bezwodnej lub paku należy obliczyć wg wzoru:

$$X_3 = \frac{X_1 \cdot X_2}{100} \quad /3/$$

w którym:

X_1 - zawartość składników nierozpuszczalnych w benzenie wg wzoru /1/, %

X_2 - zawartość popiołu w składnikach nierozpuszczalnych w benzenie wg wzoru /2/, %

2.3.5. Ilość oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia. Dla celów bieżącej kontroli ruchowej dopuszcza się wykonanie jednego oznaczenia.

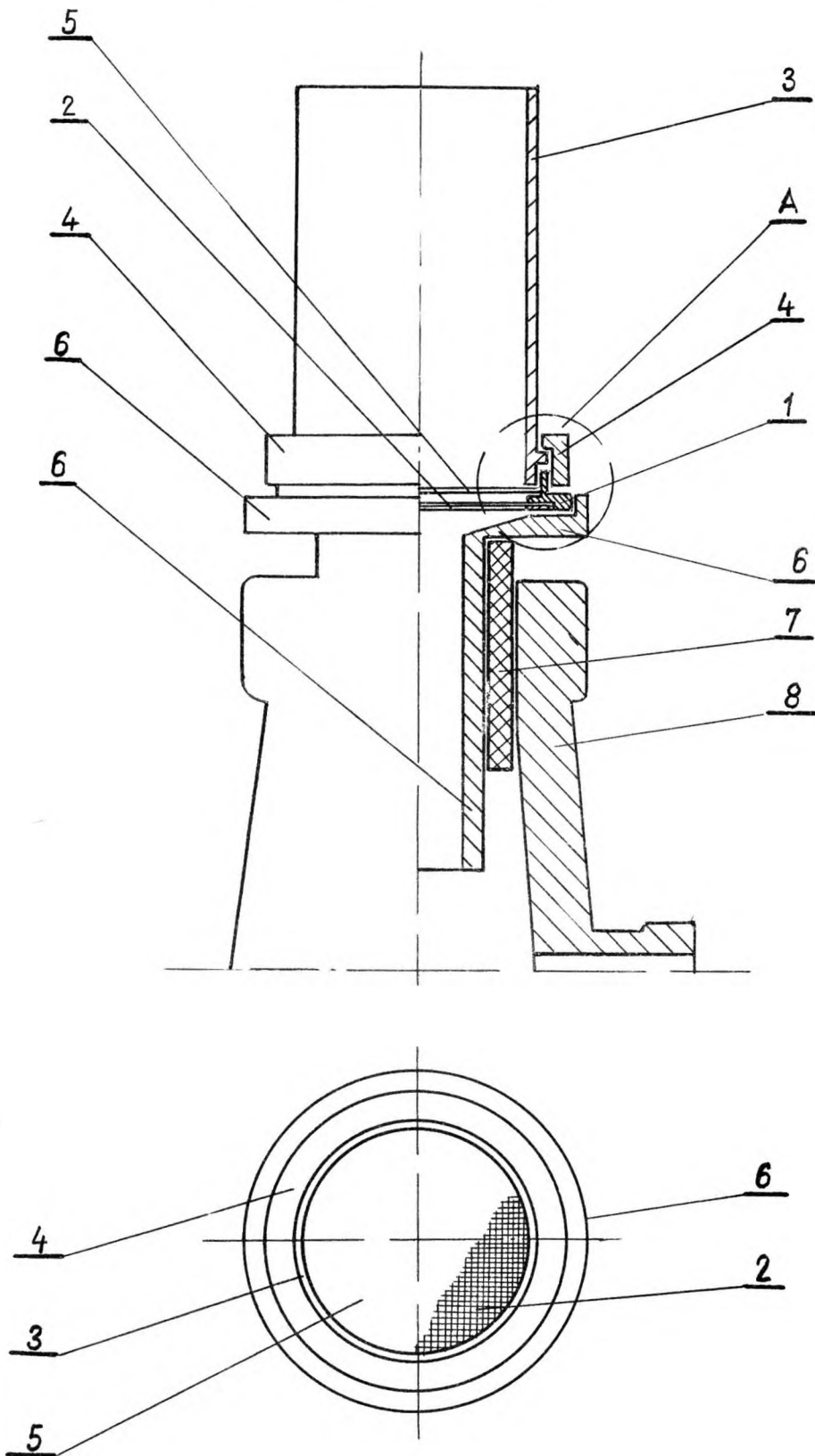
2.3.6. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 10 % wyniku wyższego.

2.3.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników zgodnych z wymaganiami 2.3.6.

K O N I E C

Rysunki

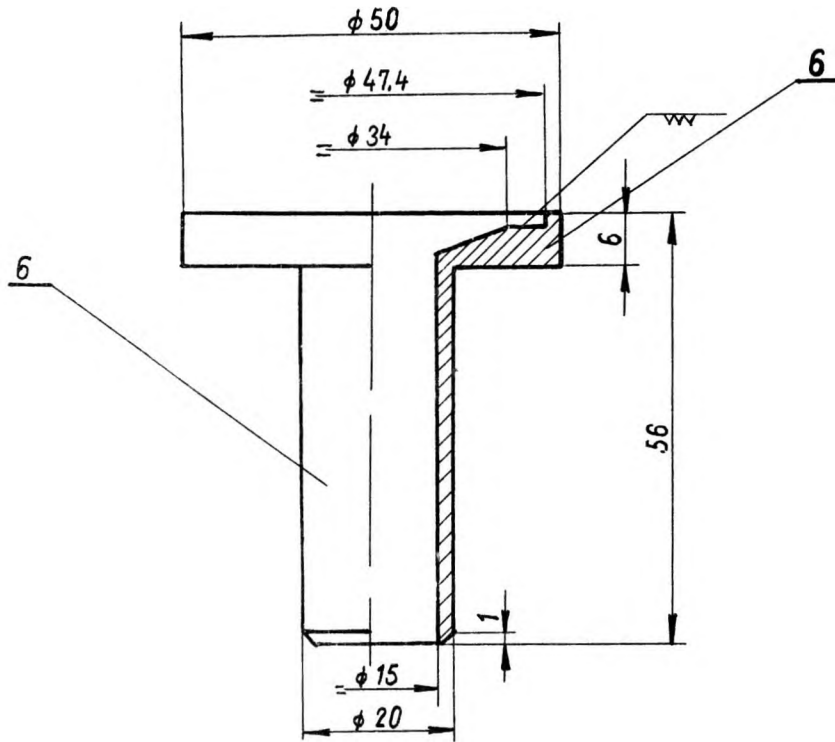
Be/369



Rys 1 Filtr metalowy

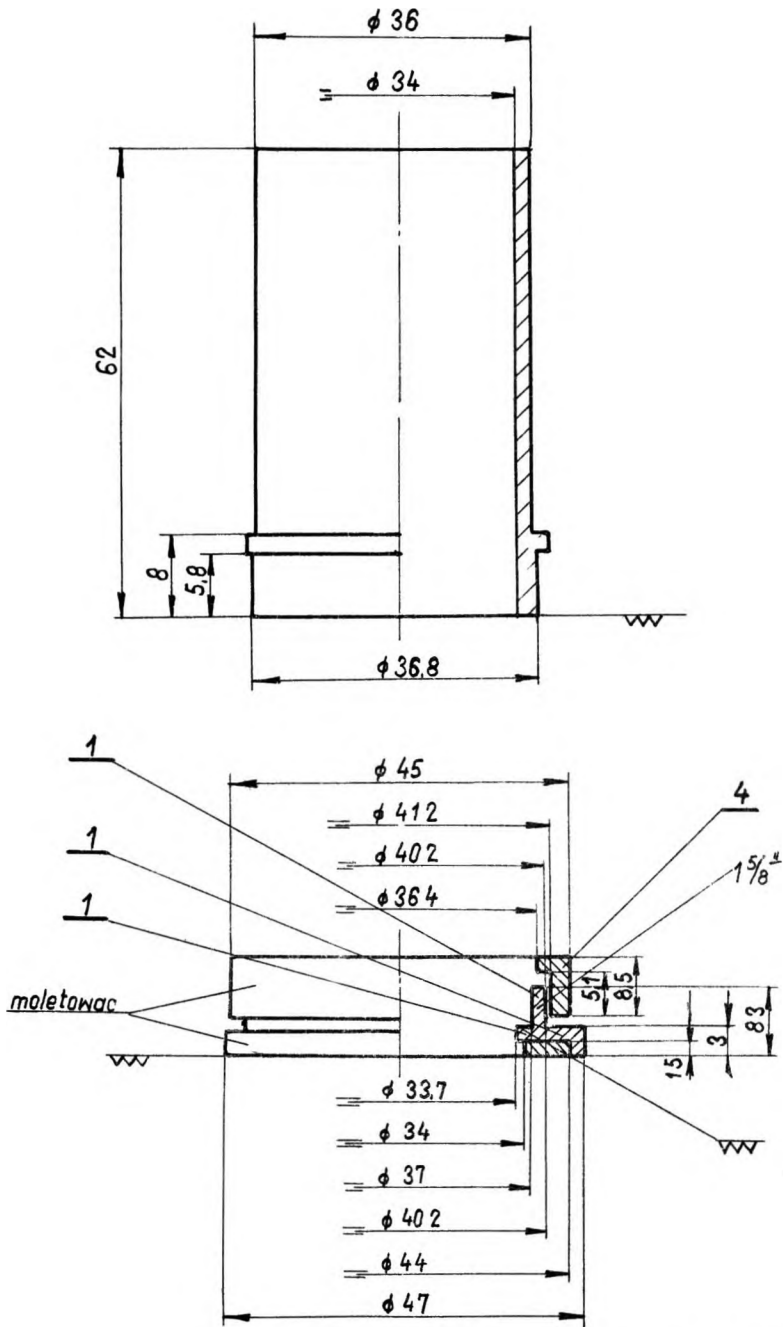
1 – metalowy pierścien
 2 – siatkowe dno
 3 – cylindryczny zbiornik
 4 – nakrętka

5 – sącdek z bibuty filtracyjnej
 6 – tuleja
 7 – elastyczna uszczelka
 8 – kolba próżniowa



Podz 1 1

Rys 2 Tuleja



Podz 1 1

Rys 3 Pierścien metalowy