

Produkty węglowodoodne	NORMA BRANZOWA	BN-69
	Smola i pak dla przemysłu elektrodowego	0511-12
	Oznaczanie wskaźnika wolnego wydymania paku	Grupa katalogowa X 39

1. W S T Ą P

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania wskaźnika wolnego wydymania paku dla ustalenia jego przydatności dla celów przemysłu elektrodowego.

1.2. Określenia

1.2.1. Wolne wydymanie - swobodne zwiększenie objętości składników paku nierozpuszczalnych w benzenie, poddanych ogrzewaniu w określonych warunkach.

1.2.2. Koksik = pozostałość po odgazowaniu części lotnych ze składników paku, nierozpuszczalnych w benzenie, w warunkach ustalonych niniejszą normą.

1.2.3. Wskaźnik wolnego wydymania = ilościowe określenie objętości otrzymanego koksiku w stosunku procentowym do eksperymentalnie przyjętej objętości 20 cm³ koksiku uzyskanego z odwazki 0,4g składników paku nierozpuszczalnych w benzenie.

1.3. Normy związane

PN/C-04333 Produkty węglowodoodne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

BN-69/0511-10 Smola i pak dla przemysłu elektrodowego. Oznaczanie składników nierozpuszczalnych w benzenie oraz zawartości popiołu

Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem 21/69 z dnia 24.6. 1969r., jako norma obowiązująca w zakresie metod badań surowców smołowo-pakowych od dnia 1.I.1970r
/Mon Pol nr poz. /

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na ogrzewaniu w atmosferze redukcyjnej w temperaturze 850°C składników paku nierozpuszczalnych w benzenie i przeprowadzeniu pomiaru objętości uzyskanego koksiku.

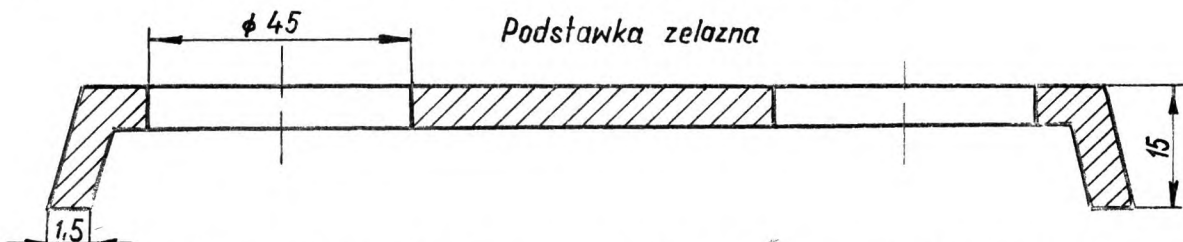
2.2. Aparatura, przyrządy

a/ Cylinder pomiarowy pojemności 50 cm^3 z podziałką co $0,1\text{ cm}^3$.

b/ Piec mufłowy elektryczny umożliwiający utrzymanie stałej temperatury $850 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

c/ Puszka blaszana o średnicy wewnętrznej około 70 mm i wysokości około 65 mm, o grubości ścianki około 3 mm, zaopatrzona w pokrywkę z otworem o średnicy 3 mm.

d/ Podstawa żelazna o wymiarach boków umożliwiającą wprowadzenie jej do komory roboczej pieca mufłowego, zaopatrzona w dwa otwory o średnicy nieco mniejszej od średnicy puszki wg punktu 2.2.c/, skonstruowana w sposób zapewniający równomierne ogrzewanie puszki; przykładowe rozwiązanie kształtu podstawki przedstawiono na rysunku.



e/ Sito laboratoryjne o wielkości oczek około 0,5 mm.

f/ Suszarka laboratoryjna ogrzana do temperatury około 105°C .

g/ Tygiel porcelanowy pojemności około 30 cm^3 , o wymiarach zewnętrznych: średnica górna $40 \pm 2\text{ mm}$, średnica dolna $20 \pm 2\text{ mm}$, wysokość $40 \pm 2\text{ mm}$.

2.3. Odczynniki i materiały

a/ Kwas solny techniczny, roztwór około 15 procentowy.

b/ Piasek rzeczny.

c/ Wodorotlenek sodowy techniczny, roztwór około 15 procentowy.

2.4. Przygotowanie piasku. Piasek rzeczny w ilości około 500 g wyprażyć w elektrycznym piecu muflowym w temperaturze około 400°C w przeciągu 2 godzin. Po ostudzeniu piasek przemyć w zlewce 15 procentowym roztworem wodorotlenku sodowego w ilości 250 cm^3 . Pozostawić przez okres około 30 minut, mieszając od czasu do czasu za pomocą szklanej bagietki, po czym zdekantować roztwór wodorotlenku sodowego i przepłukać piasek wodą destylowaną. W taki sam sposób przemyć następnie piasek 15 procentowym roztworem kwasu solnego w ilości 250 cm^3 i przepłukać wodą destylowaną, po czym wysuszyć go w temperaturze około 105°C . Po ostudzeniu piasek przesiać przez sito o oczkach około 0,5 mm.

2.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Ze średniej próbki laboratoryjnej paku przygotowanej wg PN/C-04333 w ilości 3 g wyodrębnić składniki nierozpuszczalne w benzenie wg BN-69/0511-10 /punkt 2.2.4./.

2.6. Wykonanie oznaczania. Do wyprażonego i ostudzonego tygla wg 2.2.g/ odważyć z dokładnością do 0,0002g próbkę 0,4 g składników paku nierozpuszczalnych w benzeniu, wyodrębnionych wg 2.5. Tygiel umieścić w puszcze blaszanej wg 2.2.c/, puszkę zamknąć pokrywką i ustawić ją na jednym z otworów podstawki wg 2.2.d/. Drugi otwór podstawki służy do ustawienia drugiej próbki. Podstawkę z puszkami wprowadzić szybko do pieca muflowego nastawionego na temperaturę 850°C , w chwili osiągnięcia przez piec temperatury maksymalnej. Po pięciu minutach od chwili zamknięcia drzwi pieca podstawkę z puszkami wyjąć. Po ostygnięciu zestawu wyjąć z puszką tygiel z utworzonym koksikiem i wstawić go do eksykatora na okres 1 godziny, po czym zmierzyć objętość uzyskanego koksiku. W tym celu koksik w tyglu zasypać nadmiarem piasku przygotowanego wg 2.4., sypląc go do tygla cienkim strumieniem tak, aby zająć całą wolną przestrzeń dokoła koksiku i nad nim oraz utworzył stożek nad tygłem. Bez postukiwania tygłem, powierzchnię piasku należy zrównać z krawędzią tygla, po czym piasek z tygla przesypać ilościowo /najlepiej przez lejek/ do cylindra pomiarowego i odczytać jego objętość V_1 , z dokładnością do $0,1\text{ cm}^3$. W przypadku utworzenia się

nie poziomego menisku w cylindrze, nie należy nim wstrząsać ani postukiwać, lecz ostrożnymi przechyleniami cylindra doprowadzić do wyrównania powierzchni piasku. Następnie z tygla usunąć koksik, a opróżniony dokładnie tygiel napełnić piaskiem i wyrównać jego powierzchnię. Piasek przesypać ilościowo do tego samego cylindra /po jego uprzednim opróżnieniu/ i z zachowaniem takich samych warunków, jak opisano wyżej, odczytać jego objętość V_2 z dokładnością do $0,1 \text{ cm}^3$.

2.7. Obliczanie wyników. Wskaznik wolnego wydymania paku X należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V_2 - V_1}{20} \cdot 100$$

w którym:

V_1 - objętość piasku wypełniającego tygiel z koksikiem, cm^3
 V_2 - objętość piasku wypełniającego pusty tygiel, cm^3
 20 - maksymalna, eksperymentalnie przyjęta za 100% objętość koksiku uzyskanego z odważki 0,4 g składników paku nierozpuszczalnych w benzenie, cm^3

2.8. Ilość oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia z tej samej próbki składników paku nierozpuszczalnych w benzenie.

2.9. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 2% bezwzględnych.

2.10. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną oznaczeń spełniających wymagania 2.9., zaokrągloną do najbliższej liczby całkowitej.

K O N I E C