

PRODUKTY CHEMICZNEJ PRZERÓBK DREWNA	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Kalafonia w roztworze	6073-02
		Grupa katalogowa X 43

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kalafonia w roztworze, otrzymywana w wyniku rozpuszczenia kalafonii sosnowej balsamicznej bezpośrednio po oddestylowaniu lotnych składników w terpentynie balsamicznej.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kalafonię w roztworze stosuje się do wyrobu mydeł kalafonii dysproporcjonowanej mających zastosowanie w produkcji syntetycznych kauczuków kalafoniovych.

1.3. Określenia. Kalafonia w roztworze jest mieszaniną różnych kwasów żywicznych i węglowodorów terpenowych. Zawartość procentowa składników produktu wynosi: 80% kalafonii balsamicznej i 20% terpentyny balsamicznej lub 85% kalafonii balsamicznej i 15% terpentyny balsamicznej.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości kalafonii balsamicznej i terpentyny balsamicznej różni się dwa gatunki kalafonii w roztworze:

- kalafonia w roztworze 80,
- kalafonia w roztworze 85.

2.2. Przykład oznaczenia kalafonii w roztworze 80:

KALAFONIA W ROZTWORZE 80 BN-76/6073-02

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Kalafonia w roztworze powinna być w temperaturze powyżej 80°C przezroczystą lepłą cieczą o barwie od jasnożółtej do jasnorubinowej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunek	
	80	85
a) Liczba kwasowa, mg KOH/g min	135	143
b) Zawartość popiołu, %, max	0,04	0,04
c) Zawartość wody, %, max	0,2	0,2
d) Zawartość wtrąceń obcych, %, max	0,04	0,04
e) Pozostałość po odparowaniu, % min	80	85

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kalafonię w roztworze należy nalewać do odpowiednio dostosowanych autocystern kwasoodpornych izolowanych, z możliwością ogrzewania.

4.2. Przechowywanie. Kalafonia w roztworze powinna być przechowywana w zbiornikach z wykładziną odporną na korozję, izolowanych i ogrzewanych dla utrzymania produktu w stałej temperaturze powyżej 80°C, nie przekraczającej 140°C.

4.3. Transport. Kalafonia w roztworze powinna być przewożona w autocysternach z wykładziną odporną na korozję, izolowanych, mających urządzenia ogrzewcze.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie liczby kwasowej (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości popiołu (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wody (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości wtrąceń obcych (3.2d),
- f) oznaczanie pozostałości po odparowaniu (3.2e).

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych dnia 14 grudnia 1976 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1977 poz. 14)

5.2. Wielkość partii kalafonii w roztworze nie powinna przekraczać pojemności jednej autocysterny.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki należy pobierać z każdej autocysterny próbnikiem nr 7 wg PN-74/C-60008 z dolnej, środkowej i górnej części autocysterny w stosunku 1:3:1.

Zarówno u producenta, jak i u odbiorcy dopuszcza się pobieranie próbek w czasie przepompowywania kalafonii ze zbiornika magazynowego do autocysterny i odwrotnie. Próbki pierwotne należy pobierać tyle razy, aż próbka ogólna będzie nie mniejsza niż 3 dm³.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1,5 dm³ przygotowaną wg PN-67/C-04500, należy podzielić na dwie części i umieścić każdą oddzielnie w szczelnie zamkniętym naczyniu szklanym.

Na naczyniach należy umieścić nalepki zawierające co najmniej następujące dane:

- nazwę lub znak wytwórni,
- numer partii,
- wielkość partii,
- datę pobrania próbki,
- nazwisko osoby pobierającej próbkę.

Jedną średnią próbkę laboratoryjną należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej co najmniej przez 6 dni.

Wybór laboratorium do wykonania analizy rozjemczej uzależniony jest od uzgodnienia stron.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego. Probówkę z przezroczystego szkła napełnić badaną kalafonią, wstawić do łaźni wodnej o temperaturze 90÷100°C. Po roztopieniu się kalafonii sprawdzić w przechodzącym świetle zgodność jej wyglądu z wymaganiami wg 3.1.

5.4.2. Oznaczanie liczby kwasowej

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy, 96-procentowy cz., zobjętniony.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór w 70-procentowym alkoholu etylowym.
- Wodorotlenek potasowy cz., 0,5 N roztwór alkoholowy.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 2 g kalafonii w roztworze, odważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 50 cm³ alkoholu etylowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia badanej kalafonii. Otrzymany roztwór po ostudzeniu należy szybko miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny do lekko różowego zabarwienia.

Liczbę kwasową (X) obliczyć w miligramach KOH na 1 g kalafonii w roztworze wg wzoru

$$X = \frac{28,055 \cdot V}{m} \quad (1)$$

w którym:

- 28,055 — ilość wodorotlenku potasowego zawarta w 1 cm³ ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku potasowego, mg,
 V — objętość ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do zmiareczkowania, cm³,
 m — odważka kalafonii, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 3 mg KOH/g.

5.4.3. Oznaczanie zawartości popiołu

5.4.3.1. Wykonanie oznaczania. W tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, odważyć z dokładnością do 0,01 około 20 g badanej kalafonii w roztworze. Tygiel wraz z zawartością ogrzewać na małym płomieniu palnika do chwili usunięcia lotnych produktów terpentyny i produktów rozkładu kalafonii, a następnie wyprażyć w piecu muflowym do stałej masy. Po ostudzeniu tygla z popiołem w ekcykatorze, zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość popiołu (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

- m₁ — masa pozostałości w tyglu po wyprażeniu, g,
 m — odważka kalafonii w roztworze, g.

5.4.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,005%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-66/C-04523. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,005%.

5.4.5. Oznaczanie wtrąceń obcych

5.4.5.1. Wykonanie oznaczania. Około 20 g kalafonii w roztworze odważyć z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, wlać 100 cm³ 95 ÷ 96-procentowego alkoholu etylowego i gotować na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Otrzymany roztwór po ochłodzeniu przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy tygiel z filtrem ze spiekanej szkła

G-1, a pozostałe w kolbie wtrącenia obce spłukać do tygla gorącym 95÷96-procentowym alkoholem etylowym.

Następnie zawartą w tyglu pozostałość przemyci kilkakrotnie gorącym 95÷96-procentowym alkoholem etylowym, a następnie tygiel wraz z zawartością umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy. Tygiel wraz z wysuszoną zawartością należy zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość obcych wtrąceń (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa obcych wtrąceń zawartych w tyglu po wysuszeniu, g,

m — odważka kalafonii w roztworze, g.

5.4.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,005%.

5.4.6. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu

5.4.6.1. Przyrządy

a) Parownica niklowa lub porcelanowa pojemności 150 cm³.

b) Termometr o zakresie pomiarowym 0÷200°C z podziałką elementarną 1°C.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczenia. Wysuszoną w suszarce w temperaturze 105÷110°C parownicę po ostudzeniu w ekcykatorze zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Odważyć w parownicy z dokładnością do 0,01 g około 10 g badanej kalafonii w roztworze. Następnie zanurzyć w łaźni piaskowej parownicę prawie

po brzegi. W odległości 2÷5 mm od brzegu parownicy zanurzyć w piasku termometr tak, aby jego zbiornik rtęci znalazł się na równym poziomie z dnem parownicy, po czym ogrzać łaźnię do temperatury 155÷160°C.

Po odparowaniu lotnych składników, parownicę z pozostałością przenieść do suszarki ogrzanej do temperatury 150÷155°C i pozostawić w niej 15 min. Następnie wyjąć parownicę z suszarki, ostudzić w ekcykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość po odparowaniu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

m_1 — masa parownicy z pozostałością, g,

m_2 — masa wysuszonej parownicy, g,

m_3 — odważka kalafonii w roztworze, g.

5.4.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 2%.

5.5. Zaokrąglenie wyników. Wyniki wszystkich oznaczeń należy podawać z dokładnością określoną w wymaganiach, po zaokrągleniu uzyskanych wartości wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla wysyłanej kalafonii w roztworze producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy atest kontroli jakości, zawierający wyniki badań oraz stwierdzający ich zgodność z wymaganiami normy. Za partię produktu zgodną z normą uważa się partię produktu odpowiadającą wszystkim wymaganiom normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zjednoczenie Przemysłu Tartacznoego i Wyrobów Drzewnych.

2. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek.

PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

3. Autorzy projektu normy — mgr inż. Julian Rzepka — Zakład Chemicznego Przerobu Żywicy w Kłobucku, inż. Jan Matysiak — Zjednoczenie Przemysłu Tartacznoego i Wyrobów Drzewnych.