UKD 674.038.6.001.4

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Oznaczanie zawartości żywicy, kalafonii i terpentyny w strużce z karpiny przemysłowej przeznaczonej do ekstrakcji oraz w strużce poekstrakcyjnej	BN-66 6079-01 Zamiast RN-56/MLiPD-04025 Grupa katalogowa X 49

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania w strużce z karpiny przemysłowej przeznaczonej do ekstrakcji oraz w strużce poekstrakcyjnej:

a) zawartości kalafonii i żywicy przez wyekstrahowanie kalafonii,

b) zawartości żywicy na podstawie różnicy mas strużki absolutnie suchej przed ekstrakcją i po ekstrakcji,

c) zawartości terpentyny.

1.2. Zakres stosowania normy. Metody zawarte w niniejszej normie należy stosować w badaniach ruchowych i doświadczalnych z tym jednak, że metodę oznaczania zawartości żywicy wymienioną w 1.1 a) należy stosować w badaniach ruchowych, a metodę oznaczania zawartości żywicy wymienioną w 1.1 b) - przy badaniach doświadczalnych.

1.3. Określenia

1.3.1. Strużka przeznaczona do ekstrakcji (przedekstrakcyjna) - wg PN-53/C-01150.

1.3.2. Strużka poekstrakcyjna - wg PN-53/C-01150.

1.3.3. Karpina przemysłowa - wg BN-63/9224-07.

1.3.4. Zawartość żywicy - ilość substancji wyekstrahowanych z drewna przy użyciu rozpuszczalników organicznych, odniesiona w procentach do masy absolutnie suchego drewna.

1.3.5. Partia produktu - cała ilość tego samego produktu przedstawiona jednorazowo do kontroli.

1.4. Normy związane

PN-53/C-01150 Terminologia przemysłu ekstrakcji i destylacji. Pojęcia i określenia
BN-63/9224-07 Karpina przemysłowa

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki strużki należy pobierać w niewielkich ilościach (garści strużki) z kilkunastu miejsc partii albo w niewielkich odstępach czasu w przypadku pobierania w czasie wytwarzania strużki.

Próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać na papierze i pobrać z niej metodą "po przekątnej" średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 300 g i umieścić ją w szklanym słoju z doszlifowanym korkiem.

Strużkę o zbyt dużych wymiarach, znajdującą się w pobranych próbkach, należy rozdrobnić do wymiarów: długość nie większa niż 15 mm, szerokość i grubość nie większa niż 4 mm.

Zjednoczenie Przemysłu Płyt, Sklejek i Zapałek
Ustanowiona przez Dyrektora ZPPSiZ dnia 26 sierpnia 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1967 r.
(Mon. Pol. nr 56/1966 poz. 275)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa, Ark. wyd. 0,60 Nakł. 2000+137 Zam. 3829/66 Cena zł 3,60

2.2. Metoda oznaczania zawartości kalafonii i żywicy przez wyekstrahowanie kalafonii

2.2.1. Zasada metody polega na kolejnym wyekstrahowaniu kalafonii ze strużki za pomocą ksylenu oraz mieszaniny alkoholowo-benzenowej i na podstawie miareczkowego oznaczania zawartości kalafonii w poszczególnych ekstraktach, obliczeniu procentowej zawartości kalafonii w stosunku do absolutnie suchej strużki.

Ekstrakcja strużki za pomocą ksylenu przeprowadzana jest jednocześnie z oznaczaniem zawartości wody metodą destylacyjną, niezbędnym do ustalenia masy absolutnie suchej strużki.

Zawartość żywicy w strużce oblicza się przez dodanie do oznaczonej zawartości kalafonii, ustalonej niniejszą normą, zawartości terpentyny i oleju flotacyjnego.

2.2.2. Przyrządy i aparaty

a) Aparat Deana-Starka.

b) Aparat Soxhleta o pojemności ekstraktora 200 ml i pojemności kolby 500 ml.

c) Łaźnia piaskowa ogrzewana elektrycznie.

2.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Ksylen cz.

b) Mieszanina alkoholowo-benzenowa sporządzona przez zmieszanie 1 części wagowej 95 ÷ 96-procentowego alkoholu etylowego z 1 częścią wagową benzenu cz.

c) Wodorotlenek potasowy cz., 0,5n roztwór alkoholowy.

d) Fenoloftaleina cz.d.a., 1-procentowy roztwór w 70-procentowym alkoholu etylowym.

2.2.4. Oznaczanie zawartości wody w strużce skróconą metodą destylacyjną

2.2.4.1. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1 średniej próbki laboratoryjnej odważyć 50 g badanej strużki, wsypać do aparatu Deana-Starka i zalać 250 ml ksylenu nasyconego wodą. Następnie aparat Deana-Starka umieścić na gorącej, uprzednio nagrzanej łaźni piaskowej na okres 50 min licząc od początku wrzenia ksylenu.

Po upływie 50 min destylacji lekko stukając w odbieralnik strząsnąć kropelki wody, ewentualnie zawieszone na ściankach aparatu, i wykonać odczyt ilości oddestylowanej wody.

Zawartość wody w strużce (W) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$W = \frac{V \cdot 1{,}04 \cdot 100}{m} \qquad (1)$$

w którym:

m - masa strużki użytej do oznaczania, g (1 ml wody przyjmuje się za 1 g),

V - objętość odczytanej wody w odbieralniku, ml,

1,04 - współczynnik przeliczeniowy wyniku otrzymanego niniejszą metodą w stosunku do wyniku uzyskanego przy prowadzeniu destylacji w czasie 6 godz.

2.2.4.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań różniących się nie więcej niż o 0,5%.

2.2.5. Oznaczanie zawartości kalafonii wyekstrahowanej za pomocą ksylenu (K_1)

2.2.5.1. Wykonanie oznaczania. Otrzymany przy oznaczaniu zawartości wody wg 2.2.4.1 ekstrakt ochłodzić, przelać do cylindra i zmierzyć jego objętość. Następnie należy pobrać pipetą 25 ml tego ekstraktu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml, dodać 50 ml zobojętnionej mieszaniny alkoholowo-benzenowej i miareczkować 0,5n roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny aż do uzyskania nie znikającego różowego zabarwienia.

Zawartość kalafonii wyekstrahowanej za pomocą ksylenu w stosunku do absolutnie suchej strużki (K_1) obliczyć w procentach wg wzorów

$$K_1 = \frac{V_1 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 28,05}{155 \cdot V_3 \cdot m_1} \qquad (2)$$

$$m_1 = m - \frac{W \cdot m}{100} \qquad (3)$$

gdzie:

V_1 - objętość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego użytego do miareczkowania, ml,

V_2 - całkowita objętość ekstraktu, ml,

V_3 - objętość ekstraktu zużytego do miareczkowania, ml,

m_1 - masa absolutnie suchej strużki użytej do oznaczania, g,

m - masa badanej strużki użytej do oznaczania zawartości wody wg 2.2.4, g,

W - zawartość wody w badanej strużce oznaczona wg 2.2.4, %,

155 - przyjęta liczba kwasowa kalafonii, mg KOH/g,

28,05 - ilość wodorotlenku potasowego zawarta w 1 ml ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego, mg.

2.2.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań różniących się najwyżej o 0,8%.

2.2.6. Oznaczanie zawartości kalafonii wyekstrahowanej za pomocą mieszaniny alkoholowo-benzenowej (K_2)

2.2.6.1. Wykonanie oznaczania. Całą ilość strużki, w której oznaczono zawartość wody 2.2.4, a więc pozbawioną wody, należy przenieść z kolby aparatu Deana-Starka, bez gilzy, do ekstraktora aparatu Soxhleta. Aby zapobiec zanieczyszczeniu ekstraktu pyłem drzewnym, na dno ekstraktora należy włożyć tampon z waty tak, aby zakrył otwór rurki lewarowej. Kolbę aparatu Deana-Starka popłukać mieszaniną alkoholowo-benzenową, aby ułatwić ilościowe przeniesienie strużki. Po napełnieniu kolby i ekstraktora odpowiednią ilością mieszaniny alkoholowo-benzenowej, aparat ustawić na łaźni piaskowej i rozpocząć ekstrakcję, którą należy prowadzić przez 2 godz, tak aby odstępy czasu pomiędzy dwoma następującymi po sobie przelewami wynosiły około 12 min, co daje 5 przelewów na godzinę licząc od momentu skapnięcia pierwszej kropli rozpuszczalnika na strużkę.

Po zakończeniu ekstrakcji z otrzymanego schłodzonego ekstraktu, po zmierzeniu objętości, pobrać pipetą próbkę o objętości 20 ml do kolby stożkowej na 200 ml, dodać 30 ml zobojętnionej mieszaniny alkoholowo-benzenowej i miareczkować 0,5n roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny aż do nie znikającego różowego zabarwienia.

Zawartość kalafonii wyekstrahowanej za pomocą mieszaniny alkoholowo-benzenowej w stosunku do absolutnie suchej strużki (K_2) w procentach obliczyć wg wzorów (2) i (3).

2.2.6.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań różniących się najwyżej o 0,8%.

2.2.7. Obliczanie wyników. Zawartość kalafonii w strużce (K) obliczyć w procentach wg wzoru

$$K = K_1 + K_2 \qquad (4)$$

w którym:

K_1 - zawartość kalafonii wyekstrahowanej za pomocą ksylenu oznaczona wg 2.2.5, %,

K_2 - zawartość kalafonii wyekstrahowanej za pomocą mieszaniny alkoholowo-benzenowej, oznaczona wg 2.2.6, %.

Zawartość żywicy w strużce (Ż) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Ż = K + T + O \tag{5}$$

w którym:

K - zawartość kalafonii obliczona ze wzoru (4), %,

$T + O = 0{,}3282\,K$ - ilość terpentyny (T) i oleju flotacyjnego (O) ustalona statystycznie, równa 32,82% ilości kalafonii.

2.3. Metoda oznaczania zawartości żywicy na podstawie różnicy mas strużki absolutnie suchej przed ekstrakcją i po ekstrakcji

2.3.1. Zasada metody polega na ustaleniu różnicy mas strużki przed ekstrakcją i po ekstrakcji, która stanowi zawartość żywicy w strużce.

2.3.2. Aparaty. Aparat Soxhleta (ekstraktor pojemności 200 ml, kolba pojemności 500 ml).

2.3.3. Odczynniki. Mieszanina alkoholowo-benzenowa sporządzona przez zmieszanie 1 części wagowej 95 ÷ 96-procentowego alkoholu etylowego z 1 częścią wagową benzenu cz.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. W uprzednio wysuszonej i zważonej gilzie z bibuły do sączenia odważyć 20 ÷ 30 g strużki z dokładnością do 0,01 g, dla której oznaczono uprzednio zawartość wody wg 2.2.4 i umieścić w ekstraktorze aparatu Soxhleta.

W przypadku gdy w badanej strużce zawartość wody jest większa niż 20%, należy przed użyciem do oznaczań uprzednio ją podsuszyć w temperaturze pokojowej lub w suszarce w temperaturze nie wyższej niż 35°C do zawartości wody 20%. Następnie powtórnie oznaczyć zawartość wody wg 2.2.4. W celu uniknięcia ewentualnego przeniesienia drobnej strużki czy pyłu przez spływający ekstrakt do kolby (w przypadku uszkodzenia gilzy) należy przykryć wlot rurki lewarowej watą. Również dla zapobiegnięcia wyrzucenia strużki z gilzy przez spadające krople rozpuszczalnika z chłodnicy należy ją przykryć watą. Kolba połączona z ekstraktorem chłodnicy w jedną całość powinna być tak umieszczona w łaźni, aby była zanurzona w piasku do połowy.

Następnie napełnić aparat rozpuszczalnikiem przez chłodnicę zwrotną, wlewając go tyle, aby nastąpił jeden przelew do kolby i aby w ekstraktorze znajdowało się ¾ przelewu.

Po włączeniu dopływu wody do chłodnicy rozpocząć ogrzewanie łaźni. Początkowo, do chwili rozpoczęcia wrzenia rozpuszczalnika, należy ogrzewanie prowadzić powoli. Ekstrakcję należy prowadzić w ten sposób, aby odstępy czasu pomiędzy dwoma następującymi po sobie przelewami wynosiły około 12 min, czyli 5 przelewów na 1 godz. Czas ekstrakcji mieszaniną alkoholowo-benzenową powinien wynosić 5 godz.

Po zakończeniu ekstrakcji i schłodzeniu ekstraktu należy wyjąć gilzę z ekstraktora aparatu Soxhleta i umieścić pod wyciągiem w celu umożliwienia odparowania głównej ilości rozpuszczalnika, a następnie przenieść do suszarki i suszyć w temperaturze 105°C do uzyskania stałej masy, ważąc z dokładnością do 0,01 g.

Czas suszenia gilzy ze strużką powinien wynosić przeciętnie 6 godz. Po wysuszeniu gilzę ze strużką należy chłodzić w eksykatorze przez 30 min.

2.3.5. Obliczanie wyniku. Zawartość żywicy (Ż) obliczyć w procentach wg wzorów

$$Ż = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \tag{6}$$

$$m_1 = m - \frac{W \cdot m}{100} \tag{7}$$

w których:

m - masa badanej strużki użytej do ekstrakcji, g,

m_1 - masa absolutnie suchej strużki użytej do ekstrakcji, g,

m_2 - masa strużki po ekstrakcji, g,

W - zawartość wody w badanej strużce użytej do ekstrakcji oznaczona wg 2.2.4, %.

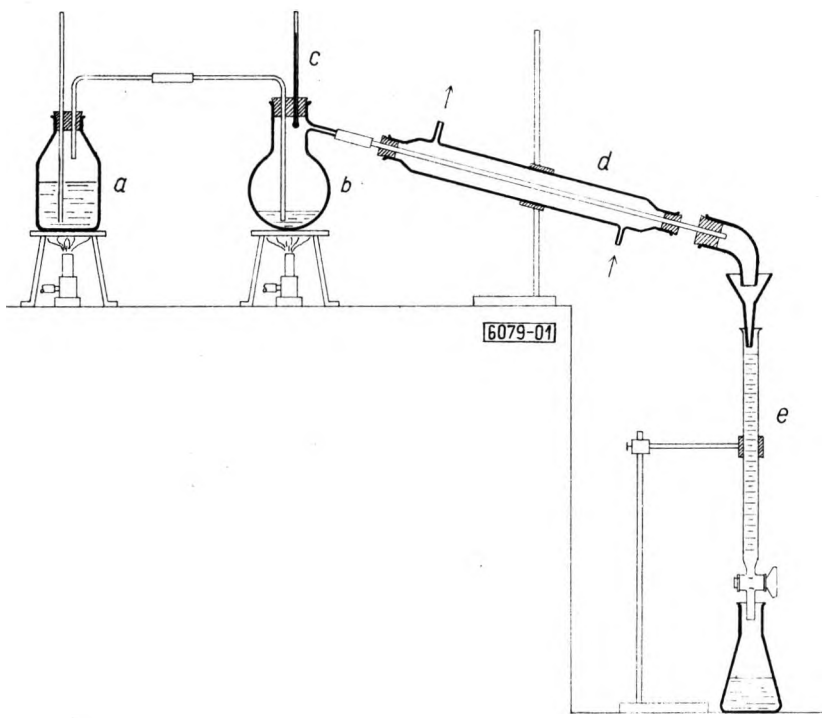
2.3.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań różniących się najwyżej o 0,8%.

2.4. Metoda oznaczania zawartości terpentyny

2.4.1. Zasada metody polega na oddestylowaniu z parą wodną terpentyny z badanej strużki i procentowym obliczeniu zawartości jej w stosunku do absolutnie suchej strużki.

2.4.2. Aparatura - wg rysunku, w skład której wchodzą:

a) kociołek laboratoryjny do wytwarzania pary,
b) kolba destylacyjna pojemności 1000 ml,
c) termometr o zakresie temperatur 0 ÷ 200°C,
d) chłodnica Liebiega o długości 800 mm,
e) biureta pojemności 50 ml.



2.4.3. Wykonanie oznaczania. W kolbie destylacyjnej odważyć z dokładnością do 0,01 g około 150 g strużki o oznaczonej uprzednio zawartości wody wg 2.2.4 i dodać około 200 ml wody destylowanej. Następnie zostawić aparaturę wg rysunku, przy czym należy zwrócić uwagę, ażeby rurka szklana doprowadzająca parę do kolby destylacyjnej sięgała prawie do dna kolby.

Po włączeniu dopływu wody do chłodnicy należy rozpocząć ogrzewanie kociołka parowego i kolby. W czasie destylacji należy wypuszczać co pewien czas nadmiar zbierający się w biurecie wody do podstawionego pod nią odbieralnika.

Destylację należy prowadzić do momentu, gdy nie następuje już przyrost warstwy terpentyny w biurecie, co zwykle następuje po 4 godz destylacji.

Zawartość terpentyny w absolutnie suchej strużce (T) obliczyć w procentach wg wzoru

$$T = \frac{V \cdot 0{,}86 \cdot 100}{m} \tag{8}$$

w którym:

V - objętość terpentyny odczytana w biurecie, ml,

m - masa absolutnie suchej strużki użytej do oznaczania obliczona ze wzoru (7), g.

2.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczań różniących się najwyżej o 0,8%.

K O N I E C