

MATERIAŁY PŁYTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-84
	Płyty wiórowe prasowane Oznaczanie formaldehydu	7123-04.06
		Grupa katalogowa 0924

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości wolnego formaldehydu w płytach wiórowych metodą ekstrakcyjną PERFORATOR i emitowanego z płyt metodą WKI.

**1.2. Zakres stosowania metod.** Metodę PERFORATOR stosuje się do oznaczania zawartości formaldehydu w płytach przeznaczonych na eksport i w bieżącej kontroli produkcji płyt. W bieżącej kontroli produkcji płyt można również stosować metodę WKI.

## 2. OZNACZANIE

### 2.1. Metoda ekstrakcyjna PERFORATOR

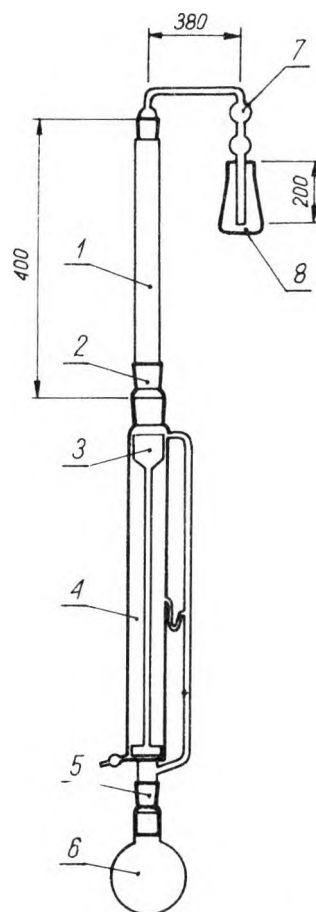
**2.1.1. Zasada metody** polega na ekstrakcji formaldehydu z płyt wrzącym toluenem, pochłonięciu go przez wodę i jodometrycznym oznaczeniu zawartości w wodnym roztworze. Oznaczalność metody — 10 mg formaldehydu na 100 g płyty.

#### 2.1.2. Odczynniki i roztwory

- Jod cz.d.a., roztwór 0,01N.
- Kwas siarkowy cz.d.a., rozcieńczony wodą destylowaną w stosunku 1:1.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,01N.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1N.
- Toluen cz.d.a.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy.
- Woda destylowana.

#### 2.1.3. Aparatura i przyrządy

- Ekstraktor — PERFORATOR składający się z elementów wg rys. 1 lub zmodyfikowany wg rys. 2.
- Kolba pomiarowa pojemności 200 ml lub 500 ml dla aparatury wg rys. 2.
- Kolby stożkowe ze szlifem pojemności 300 ml.
- Pipety pojemności 10, 20, 50 i 100 ml.
- Biureta pojemności 50 ml,
- Łaźnia elektryczna.

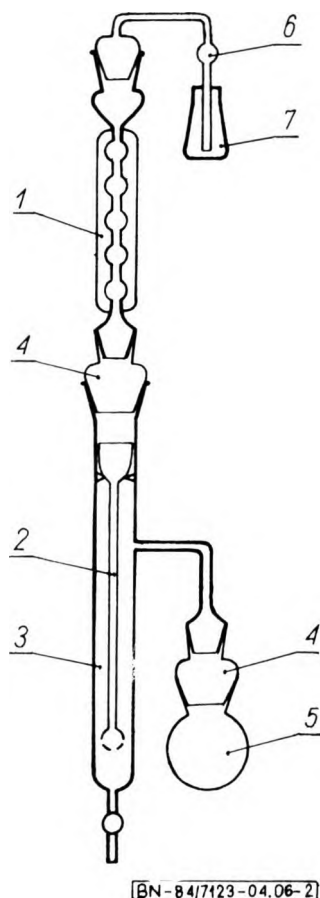


BN-84/7123-04.06-1

Rys. 1. Aparat ekstrakcyjny PERFORATOR

1 — chłodnica Dimrotha o szlifie zewnętrznym NS 45/40 i szlifie wewnętrznym NS 29/32; 2 — łącznik stożkowy o szlifie zewnętrznym NS 70/65 i szlifie wewnętrznym NS 45/40; 3 — wkładka filtra perforatora, porowatość 1 (P160; 100 do 160  $\mu\text{m}$ ),  $\varnothing$  czary 60 mm; 4 — perforator pojemności 1000 ml z kranem spustowym o  $\varnothing$  4 mm, o szlifie zewnętrznym NS 29/32, wewnętrznym NS 70/65; 5 — łącznik stożkowy o szlifie zewnętrznym NS 45/40 i szlifie wewnętrznym NS 29/32; 6 — kolba okrągłodenna pojemności 1000 ml o szlifie NS 45/40; 7 — deflegmator ze szlifem zewnętrznym NS 29/32,  $\varnothing$  zewnętrznej 10 mm (średnica kuli 50 mm, odstęp między kulami 50 mm); 8 — odbieralnik (np. kolba stożkowa pojemności 250  $\div$  300 ml)

Zgłoszona przez Instytut Technologii Drewna  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Technologii Drewna dnia 2 kwietnia 1984 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1984 poz. 11)



Rys. 2. Schemat zmodyfikowanego aparatu PERFORATOR  
 1 — chłodnica spiralna lub kulkowa długości 40 mm ze szlifem zewnętrznym i wewnętrznym NS 29/32; 2 — wkładka szklana lub zakończona wylotem ze szkła spiekane; 3 — perforator pojemności 250 ml; 4 — reduktor o szlifie zewnętrznym NS 29/32 i wewnętrznym 45/40; 5 — kolba okrągłodenna pojemności 500 ml i szlifem zewnętrznym NS 45/40; 6 — rurka z deflegmatorem kulistym długości 380 mm, szlifem wewnętrznym NS 29/32, średnicą rurki 10 mm; odległość deflegmatora od początku rurki od strony chłodnicy — 200 mm; 7 — odbieralnik — kolba stożkowa

#### 2.1.4. Pobieranie i przygotowanie próbki laboratoryjnej i analitycznej

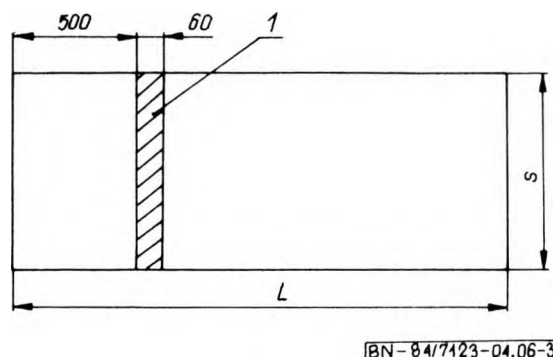
##### 2.1.4.1. Liczność, sposób pobierania i kształt próbki.

Z płyty ostudzonej i oszlifowanej należy wyciąć w odległości 500 mm od jej krótszego boku pas szerokości 60 mm i długości równej szerokości płyty (rys. 3). Ze środkowej części pasa należy wyciąć próbki laboratoryjne:

— w przypadku oznaczania w aparaturze wg rys. 1 — o wymiarach 25×25 mm i grubości równej grubości płyty w takiej liczbie, aby można było uzyskać co najmniej 3 próbki analityczne o masie 100 g każda,

— w przypadku oznaczania w aparaturze wg rys. 2 — o wymiarach 15×25 mm i grubości równej grubości płyty w takiej liczbie, aby można było uzyskać co najmniej 3 próbki analityczne o masie 30 g każda.

Próbki należy przechowywać hermetycznie zamknięte w temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ . Oznaczanie formaldehydu należy przeprowadzić nie później niż po 24 h od pobrania próbki laboratoryjnej.



Rys. 3. Schemat pobierania próbek z płyty wiórowej  
 1 — pas płyty do badań

**2.1.4.2. Oznaczanie wilgotności** należy wykonać na próbkach bliźniaczych przygotowanych zgodnie z 2.1.4.1 wg PN-81/D-04247.

**2.1.5. Wykonanie oznaczania.** Próbkę analityczną należy zważyć z dokładnością 0,1 g i umieścić w kolbie okrągłodennej. Do kolby nalać 600 ml toluenu (dla aparatury zmodyfikowanej 200 ml) i połączyć ją z PERFORATOREM, do którego należy uprzednio nalać około 1000 ml wody destylowanej, przy czym poziom wody musi być 10 ÷ 20 mm poniżej przelewu (dla aparatury zmodyfikowanej 250 ml wody). Połączyć go z chłodnicą i odbieralnikiem zawierającym 100 ml wody destylowanej. Pionowy układ PERFORATORA, przez który przechodzą pary toluenu, należy zainstalować sznurem azbestowym, a w PERFORATORZE zmodyfikowanym układ poziomy. Następnie należy rozpocząć ogrzewanie, notując czas rozpoczęcia ekstrakcji od pierwszego spływu toluenu przez przelew. Ekstrakcję należy prowadzić przez 2 h, z prędkością spływu 50 ÷ 70 kropeł toluenu na minutę, po czym wyłączyć ogrzewanie i ochłodzić wodę do  $20^\circ\text{C}$ . Wodę z odbiornika i PERFORATORA po oddzieleniu toluenu należy przenieść do kolby pomiarowej pojemności 2000 ml (lub 500 ml dla aparatury zmodyfikowanej). Aparaturę przepłukać dwukrotnie 200 ml wody destylowanej (50 ml dla aparatury zmodyfikowanej), przenieść roztwór do kolby pomiarowej i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Z kolby pomiarowej należy pobrać pipetą do kolby stożkowej 100 ml roztworu (50 ml dla aparatury zmodyfikowanej) dodając 50 ml roztworu jodu (25 ml dla aparatury zmodyfikowanej) i 20 ml roztworu wodorotlenku sodowego (10 ml dla aparatury zmodyfikowanej).

Kolbę zamknąć korkiem ze szlifem w ciemni na 15 min. Następnie dodać 10 ml roztworu kwasu siar-

kowego (5 ml dla aparatury zmodyfikowanej) i nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi do odbarwienia roztworu. Miareczkowanie należy powtórzyć 3-krotnie. Równolegle do oznaczania właściwego należy wykonać ślepą próbę, tzn. wykonać analogiczną ekstrakcję z użyciem toluenu i wody bez próbek płyt wiórowych w kolbie. Oznaczenie formaldehydu należy wykonać równolegle na 2 próbkach analitycznych.

**2.1.6. Obliczanie wyników oznaczania.** Zawartość formaldehydu ( $X$ ) należy obliczać w mg na 100 g suchej masy (s.m.) płyty wiórowej, wg wzoru

$$X = \frac{3,0 (V_0 - V_1) \cdot (100 + W) \cdot n}{m} \quad (1)$$

w którym:

- $V_0$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- $V_1$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanego roztworu, ml,
- $n$  — normalność tiosiarczanu sodowego,
- $m$  — masa próbki analitycznej, g,
- $W$  — wilgotność próbki, %,
- 3,0 — współczynnik przeliczeniowy gramorównoważnika formaldehydu (dla aparatury zmodyfikowanej przyjmuje się 1,5).

**2.1.7. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczeń.** Wyniki badań nie mogą różnić się więcej niż o 10% względnej wartości wyższego wyniku. W przeciwnym razie należy wykonać trzecie oznaczenie.

**2.1.8. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 2.1.7.

## 2.2. Metoda WKI

**2.2.1. Zasada metody** polega na absorpcji formaldehydu wydzielającego się w określonym czasie z określonej masy płyty i jodometrycznym jego oznaczeniu. Oznaczalność metody — 5 mg formaldehydu na 100 g płyty.

### 2.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Jod cz.d.a., roztwór 0,01N.
- b) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,01N.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a., rozcieńczony wodą destylowaną w stosunku 1:1.
- d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1N.
- e) Skrobia roztwór 1-procentowy.
- f) Woda destylowana.

### 2.2.3. Aparatura i przyrządy

- a) Ciepłarka lub suszarka, umożliwiająca uzyskanie temperatury  $40 \pm 1^\circ\text{C}$ .
- b) Pojemniki polietylenowe szczelnie zamykane pojemności 500 lub 750 ml.
- c) Kolby płaskodenne stożkowe ze szlifem pojemności 250 ml.
- d) Biurety pojemności 10, 20, 50, 100 ml.
- e) Pipety pojemności 5, 10, 20, 25 ml.

### 2.2.4. Pobieranie i przygotowanie próbki laboratoryjnej i analitycznej

**2.2.4.1. Liczność, sposób pobierania i kształt próbki.** Z pasa płyty przygotowanego wg 2.1.4.1 należy wyciąć

20 próbek laboratoryjnych o wymiarach  $25 \times 25 \text{ mm} \times$  grubość płyty. Próbki należy przechowywać w temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  hermetycznie zamknięte.

Oznaczanie formaldehydu należy przeprowadzić w ciągu 24 h od pobrania próbek laboratoryjnych. Następnie należy wydzielić 3 próbki analityczne pobierając losowo po 3 (w przypadku stosowania pojemników pojemności 500 ml łączy się gumką po 2 sztuki) wycięte próbki laboratoryjne.

### 2.2.4.2. Oznaczanie wilgotności — wg 2.1.4.2.

**2.2.5. Wykonanie oznaczania.** Próbkę analityczną należy zważyć z dokładnością do 0,01 g i połączyć opaską z gumki. Do pojemnika pojemności 750 ml należy odmierzyć biuretą z dokładnością do 0,1 ml 75 ml wody destylowanej (w przypadku stosowania pojemników pojemności 500 ml odmierzyć biuretą 50 ml wody destylowanej). Próbkę przymocować do zakrętki pojemnika na wysokości uniemożliwiającej jej zamoczenie w wodzie. Pojemnik szczelnie zamknąć i umieścić w cieplarni w temperaturze  $40^\circ\text{C}$  na 24 h. Następnie zamknięty pojemnik przenieść do naczynia napełnionego wodą z lodem i schładzać przez 30 min, po czym pojemnik wyjąć z naczynia, otworzyć i przenieść pipetą 25 ml roztworu. W przypadku stosowania pojemników pojemności 500 ml do analizy należy pobrać 20 ml roztworu do kolby płaskodennej ze szlifem. Dodać 8 ml wodorotlenku sodowego i 50 ml roztworu jodu. Zamknięte kolby odstawić na 15 min w ciemne miejsce, po czym dodać 4 ml kwasu siarkowego i odmiareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi aż do odbarwienia roztworu. Miareczkowanie należy powtórzyć dwukrotnie. Równolegle należy wykonywać miareczkowanie ślepej próby, do której zamiast badanego roztworu pobiera się 25 ml wody destylowanej (w przypadku stosowania pojemników pojemności 500 ml do analizy należy pobrać 20 ml wody destylowanej). Pozostałe czynności należy wykonać jw.

**2.2.6. Obliczanie wyników oznaczania.** Zawartość formaldehydu ( $X$ ) należy obliczać w mg/100 g s.m. płyty wiórowej wg wzoru

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \cdot n \cdot 15,015 \cdot 3 \cdot (100 + W)}{m} \quad (2)$$

w którym:

- $V_0$  — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- $V_1$  — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanego roztworu, ml,
- $m$  — masa próbki, g,
- $n$  — normalność tiosiarczanu sodowego,
- 15,015 — gramorównoważnik formaldehydu,
- 3 — współczynnik przeliczeniowy wynikający z wielkości próbki roztworu pobranego do analizy do ilości roztworu w pojemniku (w przypadku stosowania pojemników pojemności 500 ml do wzoru należy wprowadzić współczynnik 2,5).

**2.2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczenia** — wg 2.2.7.

**2.2.8. Wynik końcowy oznaczenia** — wg 2.1.8.

### 3. PROTOKÓŁ BADAŃ

Protokół badań powinien zawierać następujące dane:

a) nazwę producenta płyt,

b) rodzaj i przeznaczenie płyt,

c) datę produkcji płyt,

d) parametry płyt (grubość, gęstość, wilgotność),

e) metodę oznaczania,

f) datę pobierania próbek i warunki sezonowania,

g) datę wykonania oznaczania,

h) wynik końcowy oznaczania,

i) podpisy osób przeprowadzających badania.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Technologii Drewna, Poznań.

#### 2. Normy związane

PN-81/D-04247 Płyty pilśniowe oraz prasowane wiórowe. Oznaczanie wilgotności

#### 3. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne

RFN DIN EN 120, Nov. 1979 Bestimmung von Formaldehyd in Spanplatten

CEN/TK 91 N 62 D pr EN 120 Europäische Norm. Deutsche Fassung „Spanplatten — Bestimmung des Formaldehydgehalts — Extraktions — Verfahren Genannt Perforatormethode“

#### 4. Inne materiały wykorzystane przy opracowaniu normy

Opracowanie metodyki oznaczeń zawartości formaldehydu metodą PERFORATOR, Akademia Rolnicza, Instytut Tworzyw Drzewnych.

**5. Autorzy projektu normy:** mgr inż. Iwona Frąckowiak, dr inż. Roman Jarzembowski, doc. dr inż. Zbigniew Leperowski — Instytut Technologii Drewna, Poznań.

przez Dyrektora Instytutu Technologii Drewna

21 **BN-84/7123-04/06 Płyty wiórowe prasowane. Oznaczanie formaldehydu**  
0924

**Zmiana 1**  
86.02.26

W punkcie 2.1.6.

Obliczanie wyników oznaczania, dotychczasowy zapis wzoru (1), zmienia się następująco:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \cdot n \cdot 15,015 \cdot 20 \cdot (100 + W)}{m}$$

$V_0$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,

$V_1$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanego roztworu, ml,

$n$  — normalność tiosiarczanu sodowego,

$m$  — masa próbki, g,

$W$  — wilgotność próbki, %,

15,015 — gramorównoważnik formaldehydu,

20 — współczynnik przeliczeniowy wynikający z wielkości próbki roztworu pobranego do analizy do ilości roztworu w kolbie pomiarowej.

W punkcie 2.2.6. **Obliczanie wyników oznaczania**, objaśnienia do wzoru (2) uzupełnia się:  $W$  — wilgotność próbki, %.

(Biuletyn PKNMiJ nr 6/86 poz. 49)