

PRZEMYSŁ PAPIERNICZY	NORMA BRANŻOWA		BN-65
	Kleje kalafoniowe do zaklejania mas papierniczych		7311-08
			Grupa katalogowa X 43
Rosin sizes for internal sizing of paper	Colles de colophane pour les pâtes à papier	Смоляные клеи для проклейки бумаги в массе	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są kleje kalafoniowe otrzymane przez częściowe zmydlenie kwasów żywicznych, głównie kwasu abietynowego, zawartych w kalafonii.

Kleje kalafoniowe stosuje się do zaklejania masy papierniczej w celu nadania wytworom odporności na przenikanie wody, atramentu, farby drukarskiej itp.

1.2. Przykład oznaczenia kleju Gilleta

KLEJ GILLETA BN-65/7311-08

1.3. Normy związane

- PN/C-04504 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych
- PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne
- PN-57/C-13000 Szkło laboratoryjne. Kolby
- PN-58/C-13004 Szkło laboratoryjne. Zlewki
- PN/C-13018 Szkło laboratoryjne. Chłodnice Liebiga spawane. Wymagania techniczne
- PN-58/C-13024 Szkło laboratoryjne. Naczynka wagowe
- PN-53/C-13030 Szkło laboratoryjne. Rozdzielacze. Wymagania techniczne
- PN-57/C-13031 Szkło laboratoryjne. Lejki
- PN-57/C-13039 Szkło laboratoryjne. Eksykatory
- PN-54/C-13051 Szkło laboratoryjne. Cylindry miernicze
- PN/C-53003 Porcelanowy sprzęt laboratoryjny. Tygle
- PN-58/C-53019 Porcelanowy sprzęt laboratoryjny. Parownice
- PN/C-60009 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych
- PN-62/C-80000 Odczynniki. Kwas solny
- PN-60/C-80014 Odczynniki. Kwas siarkowy
- PN-57/C-80083 Odczynniki. Chlorek sodowy
- PN-58/C-80568 Wskaźniki. Fenoloftaleina
- PKN/M-53755 Termometry szklane. Termometry laboratoryjne rurkowe i pałeczkowe z działką elementarną 1°C
- PN-61/M-79104 Opakowania metalowe. Beczki z dnami stałymi
- PN-58/M-94008 Sita. Wymiary oczek
- PN-55/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór sztuk do próbek
- Pozostałe normy związane podano w tablicy.

Instytut Celulozowo-Papierniczy

Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Celulozowo-Papierniczego w porozumieniu z Instytutem Celulozowo-Papierniczym dnia 23 kwietnia 1965 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 10 czerwca 1965 r. (Mon. Pol. nr 30/1965 poz. 169)

Wymagania techniczne		Odmiany klejów				Badania techniczne		
Własności	Właściwości	o dużej zawartości kalafonii		o średniej zawartości kalafonii		Przygotowanie partii do badań oraz pobranie i przygotowanie próbek do badań wg	Sposób sprawdzenia wymagań	
		Alfeo	Bevoid	Gilleta	Zmydlony			
Surowce	kalafonia sosnowa wg PN-58/C-97501	X	X	X	X	nie dotyczy	wg	
	soda bezwodna techniczna wg PN-61/C-84001	-	-	X	X			
	kwaśny węglan sodowy wg PN-59/C-84124	-	-	X	-			
	wodorotlenek sodowy techniczny wg PN-62/C-84038	X	X	-	-			
	kazeina kwasowa wg załącznika 2	X	X	X	-			
	woda amoniakalna techniczna wg PN-55/C-84040	X	-	X	-			
	postać kleju	substancja ciekła (mleczko)						substancja mazista
	barwa kleju	białokremowa						brązowa
	zawartość substancji suchej, %, nie mniej niż	30,0	41,0	10,3	43			Wzorkowo
	zawartość składników niezmydlających się w przeliczeniu na suchą substancję, %, nie więcej niż	nie określa się						2,7
zawartość kalafonii całkowitej w kleju, %, nie mniej niż	28,0	40,0	10,0	40,0	załącznika 4			
zawartość kalafonii wolnej, %, nie mniej niż	85,0	90,0	60,0	20,0	załącznika 5			
wielkość cząstek, w mikronach, nie większa niż	2		3	8	załącznika 6			
zawartość cząstek o wielkości powyżej 2 mikronów, %, nie więcej niż	20	20	50	nie normalizuje się	załącznika 7			
zdolność do rozcieńczenia bez tworzenia się osadu w wodzie o temperaturze	20 ±2		50 ±3	50 +10	załącznika 8			
dopuszczalna ilość osadu, % wag., po składowaniu kleju w ciągu 6 tygodni w temperaturze 10 ± 30°C, nie więcej niż	5			nie normalizuje się	załącznika 9			
Skłonność do pienienia się: - wysokość piany, ml, nie więcej niż	nie normalizuje się		120	250				
czas opadania piany, min, nie więcej niż	nie normalizuje się		360	90				

przed przystąpieniem do badań kleje należy posortować na partie zawierające klej tej samej odmiany oraz pochodzący z tego samego zakładu produkcyjnego; szczególny opis pobierania próbek podano w załączniku 1

2. WYMAGANIA I BADANIA TECHNICZNE

Wymagania i badania techniczne dla klejów kalafoniowych podano w tablicy na str. 2.

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie transportowe. Kleje kalafoniowe przewozi się w beczkach wg PN-61/M-79104 o pojemności 200 ÷ 300 l.

3.2. Znakowanie. Na każdej beczce powinna znajdować się naklejka lub trwały napis podający:

- a) nazwę zakładu produkcyjnego,
- b) oznaczenie wg 1.2,
- c) datę produkcji i numer partii,
- d) wagę netto i brutto,
- e) trwały napis: "Beczka zwrotna".

3.3. Przechowywanie. Kleje należy przechowywać w zbiornikach lub beczkach zamkniętych, w pomieszczeniach chłodnych, ale zabezpieczających przed mrozem.

Czas składowania klejów dyspersyjnych (Alfeo, Bevoid i Gilleta) nie powinien przekraczać 6 tygodni.

3.4. Transport. Kleje przewozi się za pomocą transportu kolejowego, samochodowego, wodnego i konnego.

W miesiącach zimowych kleje dyspersyjne należy chronić przed zamarzaniem i zabezpieczyć środek transportu w taki sposób, aby transport trwał jak najkrócej. W razie spadku temperatury poniżej -4°C należy wstrzymać wysyłkę klejów dyspersyjnych.

4. OCENA PARTII KLEJU

Partię kleju należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania wymienione w tablicy dadzą wyniki dodatnie.

Partię kleju należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy, jeżeli choćby jedno z badań wymienionych w tablicy da wynik ujemny.

K O N I E C

POBIERANIE PRÓBEK KLEJU

1. Wielkość partii. Za partię uważa się każdą porcję kleju kalafoniowego w czasie jednego gotowania. Jeżeli w osobnym zbiorniku miesza się kilka porcji kleju kalafoniowego, to za partię uważa się ilość kleju nieprzekraczającą 5 ton produktu.

2. Pobieranie próbek. Z każdej partii należy wybrać odpowiednią liczbę opakowań dla pobrania próbek jednostkowych, w sposób losowy za pomocą liczb przypadkowych i zgodnie z PN-55/N-03010, według poniższej tablicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, jaką należy pobrać do próbki
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	10

Przy pobieraniu próbek i przygotowaniu średniej próbki laboratoryjnej należy stosować zasady podane w PN/C-04504 i PN/C-04507. Próbki kleju należy pobierać w czasie napełniania beczek. Jeżeli jest to niemożliwe, należy pobierać próbki w magazynie u dostawcy lub odbiorcy, jednak nie później niż w ciągu 24 godz od chwili otrzymania partii. Próbka powinna być zupełnie jednorodna, co osiąga się przez co najmniej czterokrotne przetoczenie beczki umożliwiające zmieszanie zawartości w temperaturze pokojowej.

Próbki należy pobierać możliwie szybko i w warunkach nie wpływających na zmianę jakości kleju.

Z każdej pobranej beczki należy pobrać trzy próbki pierwotne z góry, ze środka i dołu, w ilości około 200 g za pomocą zgłębnika wg PN/C-60009. Wszystkie pobrane pierwotne próbki należy wymieszać i pobrać średnią próbkę laboratoryjną o wielkości co najmniej 2 l. Należy podzielić ją na dwie równe części i umieścić w dwu szklanych słojach z doszlifowanym korkiem.

Słoje powinny być napełnione całkowicie, a pianę należy usunąć. Słoje należy szczelnie zakorkować i zalać parafiną. Na słojach należy umieścić nalepkę z napisem zawierającym nazwę wytwórni, numer partii i miejsce pobrania próbek. Jedno naczynie z próbką należy przeznaczyć do badań na zgodność z wymaganiami normy, a drugie przechowywać w chłodnym pomieszczeniu przez okres 6 tygodni w celu obserwacji zachowania się kleju żywicznego w czasie składowania i w celu użycia w przypadku analizy rozjemczej.

WYMAGANIA TECHNICZNE DLA KAZEINY KWASOWEJ

Własności	Jednostka	Wymagania techniczne	Badania techniczne wg
Zawartość wody, nie więcej niż	%	12	metod badań uzgodnionych między dostawcą i odbiorcą
Zawartość tłuszczu w suchej substancji, nie więcej niż		25	
Zawartość popiołu w suchej substancji, nie więcej niż		4	
Kwasowość ogólna, oznaczana 10n roztworem wodorotlenku sodowego, nie więcej niż	ml/g	12	
Barwa	-	prawie biała, kremowa lub żółta	
Smak i zapach	-	typowy dla kazeiny, lekko kwaśny	
Kleistość	-	dobra	
Rozpuszczalność	-	dobra	
Dopuszczalne zanieczyszczenia	-	nieznaczące	

METODA OZNACZANIA ZAWARTOŚCI SUCHEJ SUBSTANCJI

1. Zasada. Oznaczania zawartości substancji suchej przeprowadza się metodą Drehera. Polega ona na suszeniu kleju z oczyszczonym i wysuszonym piaskiem morskim lub rzeczny z dodatkiem alkoholu etylowego.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy 96-procentowy.
- b) Oczyszczony piasek morski albo rzeczny, przygotowany w następujący sposób: piasek umieszcza się na sączku i przemywa dokładnie rozcieńczonym kwasem solnym cz. (1:10) wg PN-62/C-80000, a następnie ciepłą wodą do zaniku reakcji na chlorki w przesączu i suszy się w suszarce o temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ do stałej masy (około 10 godz).

3. Przyrządy

- a) Parownica porcelanowa o średnicy 6 cm, rodzaju P, wg PN-58/C-53019 lub tygiel porcelanowy z przykrywką wg PN/C-53003.
- b) Pręcik szklany o średnicy 3 mm.
- c) Suszarka elektryczna z termoregulacją do 250°C .
- d) Eksykator typu D, o średnicy $D = 250$ lub 300 mm, wg PN-57/C-13039.

4. Pobieranie i przygotowanie próbek laboratoryjnych oraz ich wielkość. Próbkę należy pobrać wg załącznika 1. Wielkość próbki powinna wynosić około 10 g.

5. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

6. Wykonanie oznaczenia. Do suchej parownicy porcelanowej lub tygla porcelanowego wsypuje się około 10 g wysuszonego i oczyszczonego piasku morskiego lub rzeczno oraz wkłada się mały pręcik szklany. Całość suszy się w suszarce o temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ w ciągu 1 godz i po ostudzeniu w eksykatorze waży z dokładnością do 0,2 mg. Następnie do parownicy lub tygla wkłada się około 1 g kleju i powtórnie waży z dokładnością do 0,2 mg, w celu ścisłego określenia naważki kleju. Parownicę lub tygiel ogrzewa się na łaźni wodnej, dodaje 5 ml 96-procentowego alkoholu etylowego i miesza masę tak długo, aż stanie się jednolitym proszkiem. Wtedy parownicę lub tygiel przenosi się do suszarki o temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$, suszy do stałej masy ($1 \div 0,5$ godz) i waży z dokładnością do 0,2 mg.

7. Obliczenie wyników. Zawartość suchej substancji S, oblicza się w procentach według wzoru

$$S = \frac{(a - b) \cdot 1000}{c - b}$$

w którym:

- a - masa parownicy lub tygla z próbką kleju i pręcikiem szklanym po suszeniu, g,
- b - masa parownicy lub tygla z piaskiem morskim lub rzeczny i pręcikiem szklanym, g,
- c - masa parownicy z próbką kleju i pręcikiem szklanym przed suszeniem, g.

8. Dopuszczalna rozbieżność wyników. Równoległe oznaczenia nie powinny różnić się więcej niż o 2%.

9. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń obliczoną z dokładnością do 0,1%.

METODA OZNACZANIA ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW NIEZMYDLAJĄCYCH SIĘ

1. Określenia. Zawartość składników niezmydlających się - ilość substancji pochodzących z kationii użytej do wyrobu kleju, które nie mają charakteru kwasów żywiczych i nie dają soli z alkaliimi.

2. Zasada. Składniki niezmydlające się oznacza się korzystając z ich rozpuszczalności w eterze naftowym, a nierozpuszczalności w 50-procentowym alkoholu etylowym. Mydła natomiast rozpuszczają się zarówno w eterze naftowym, jak i w 50-procentowym alkoholu etylowym.

3. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek potasowy cz., 0,2n roztwór alkoholowy.
- b) 50-procentowy alkohol etylowy cz.
- c) Wodorotlenek potasowy cz., roztwór 1n,
- d) Eter naftowy cz. (temperatura wrzenia $30 \pm 50^{\circ}\text{C}$).
- e) Chlorek sodowy cz. wg PN-57/C-80083, nasycony roztwór wodny.

4. Przyrządy

- a) Kolba kulista z dnem okrągłym o pojemności 150 ml, wg PN-57/C-13000.
- b) Chłodnica zwrotna kulkowa Liebiga, wg PN/C-13018.
- c) Dwa rozdzielacze o pojemności 250 ml, wg PN-53/C-13030.
- d) Kolba kulista z dnem płaskim o pojemności 150 ml, wg PN-57/C-13000.
- e) Urządzenie destylacyjne.
- f) Krystalizator o pojemności 75 ml i średnicy około 7 cm.

5. Pobieranie i przygotowanie próbek laboratoryjnych oraz ich wielkości - wg załącznika 3.6. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczania.

7. Wykonanie oznaczania. Do kolby kulistej z dnem okrągłym o pojemności 150 ml odważa się około 3 g kleju z dokładnością do 0,2 mg i zalewa 50 ml 0,2n roztworu alkoholowego wodorotlenku potasowego.

Kolbę ogrzewa się na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną Liebiga przez 30 min, następnie studzi zawartość kolby i przenosi ilościowo do rozdzielacza o pojemności 250 ml. Zawartość rozdzielacza wyklóca się kilkakrotnie (ruchem obrotowym) z eterem naftowym, przenosząc każdorazowo wyciągi eterowe do drugiego rozdzielacza o pojemności 250 ml. W celu przyspieszenia rozdzielania dodaje się około 10 ml nasyconego roztworu wodnego chlorku sodowego cz. Do zebranych w drugim rozdzielaczu wyciągów eterowych dolewa się 10 ml 50-procentowego alkoholu etylowego, zawierającego kilka kropli 1n roztworu wodorotlenku potasowego, wyklóca się ruchem obrotowym i rozdziela. Po oddzieleniu się warstw, dolną warstwę dodaje się do poprzedniego wyciągu wodno-alkoholowego i zachowuje do oznaczania zawartości kalafonii całkowitej. Warstwę eterową przemywa się przynajmniej dwukrotnie alkoholem etylowym. Przemytą warstwę eterową przenosi się ilościowo do kolby destylacyjnej. Eter oddestylowuje się do objętości cieczy około 50 ml, zawartość kolby przenosi się ilościowo do wytarwanego krystalizatora o pojemności 75 ml i odpędza eter na łaźni wodnej. Krystalizator ze składnikami niezmydlonymi starannie wyciera się szmatką z zewnątrz z kropelek wody i suszy w suszarce w temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przez 30 min. Potem studzi się w eksykatorze i waży z dokładnością do 0,2 mg.

8. Obliczanie wyników. Zawartość składników niezmydlających się N w suchej substancji kleju oblicza się w procentach według wzoru

$$N = \frac{a \cdot 10000}{n \cdot S}$$

w którym:

- a - masa składników niezmydlających się, g,
- n - odważka kleju, g,
- S - zawartość suchej substancji kleju, %, obliczona wg załącznika 3.

9. Dopuszczalna rozbieżność wyników. Równoległe oznaczania nie powinny różnić się więcej niż o 1%.

10. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń obliczoną z dokładnością 0,01%.

METODA OZNACZANIA ZAWARTOŚCI KALAFONII CAŁKOWITEJ

1. Określenia. Całkowita zawartość kalafonii - całkowita ilość kwasów żywicznych zmydlonych i niezmydlonych, które pochodzą z kalafonii użytej do wyrobu kleju.

2. Zasada. Oznaczanie zawartości kalafonii całkowitej polega na rozłożeniu kwasem mydeł żywicznych, otrzymanych ze zmydlenia kleju i następnie wyekstrahowaniu eterem dwuetylowym pozostałych kwasów żywicznych i na zmiareczkowaniu ich 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego.

3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy rozcieńczony cz. (1:4), wg PN-60/C-80014.
- b) Eter dwuetylowy cz. (temperatura wrzenia 35°C).
- c) Chlorek sodowy cz. wg PN-57/C-80083, roztwór nasycony.
- d) Wodorotlenek potasowy, roztwór 0,1n.

4. Przyrządy

- a) Rozdzielacz o pojemności 250 ml, wg PN-53/C-13030.
- b) Kolba kulista z dnem płaskim o pojemności 150 ml, wg PN-57/C-13000.
- c) Cylinder pomiarowy o pojemności 50 ml, wg PN-54/C-13051.

5. Pobieranie i przygotowanie próbek laboratoryjnych oraz ich wielkość. Próbkę do badań stanowi wyciąg wodno-alkoholowy, otrzymany wg załącznika 3, zawierający roztwór mydeł kalafoniowych.

6. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

7. Wykonanie oznaczenia. Całą warstwę wodno-alkoholową, otrzymaną przy oznaczaniu zawartości składników niezmydlających się, wg załącznika 4, zadaje się w rozdzielaczu o pojemności 250 ml taką ilością rozcieńczonego kwasu siarkowego cz. (1:4), aby odczyn warstwy wodnej był słabo kwaśny (zwykle dodaje się około 20 ml kwasu). Odczyn sprawdza się papierkiem lakmusowym. Następnie dodaje się do rozdzielacza 50 ml eteru dwuetylowego i dobrze wykłóca. Cała ilość kalafonii przechodzi wówczas do warstwy eterowej. Wykłócać z eterem należy powoli, aby nie powstały bańki powietrza przeszkadzające rozwarstwieniu, mieszać ruchem obrotowym. W razie potrzeby rozwarstwienie można przyspieszyć przez dodatek nasyconego roztworu chlorku sodowego cz.

Po dokładnym rozdzieleniu się obu warstw, co trwa nieraz kilka godzin, warstwę wodno-alkoholową odpuszcza się, a warstwę eterową - po przemyciu wodą destylowaną do reakcji obojętnej - przenosi się ilościowo do kolby o pojemności 150 ml, popłukując rozdzielacz eterem. Następnie dodaje się 50 ml alkoholu etylowego i miareczkuje 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

Oznaczanie zawartości kalafonii całkowitej w klejach dispersyjnych zawierających substancje białkowe przeprowadza się po uprzednim ich wytrąceniu za pomocą alkoholu etylowego. Przesącz zadaje się nadmiarem 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego i zmydla się rozpuszczone w alkoholu kwasy żywiczne, ogrzewając na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną. Dalej postępuje się jak podano w p. 6 załącznika 4.

8. Obliczenie wyników. Zawartość kalafonii całkowitej w kleju K_c oblicza się w procentach według wzoru

$$K_c = \frac{a \cdot 3,33}{n}$$

w którym:

- a - ilość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, ml,
- n - odważka kleju, g.

9. Dopuszczalna rozbieżność wyników. Równoległe oznaczenia nie powinny różnić się więcej niż o 2%.

10. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń obliczoną z dokładnością do 0,01%.

METODA OZNACZANIA ZAWARTOŚCI KALAFONII

1. Określenia. Zawartość wolnej kalafonii - część kwasów żywicznych, pochodzących z kalafonii, która podczas przyrządzania kleju nie ulega zmydleniu.

2. Zasada. Oznaczanie zawartości wolnej kalafonii przeprowadza się metodą miareczkową (Drehera). Polega ona na miareczkowaniu alkoholowego roztworu kleju za pomocą 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego.

3. Odczynniki i roztwory

- a) 96-procentowy alkohol etylowy (obojętny).
- b) 1-procentowy alkoholowy roztwór fenoloftaleiny, wg PN-58/C-80568.
- c) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 0,1n.
- d) Mieszanka 90-procentowego alkoholu etylowego i benzenu (1:1).

4. Przyrządy

- a) Parownica porcelanowa o pojemności 100 ml, wg PN-58/C-53019.
- b) Biureta o pojemności 25 ml.

5. Pobieranie i przygotowanie próbek laboratoryjnych oraz ich wielkość - wg załącznika 3.

6. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

7. Wykonanie oznaczenia. Do parownicy porcelanowej o pojemności 100 ml odważa się około 2 g kleju z dokładnością do 0,1 mg. Następnie wlewa się do parownicy 50 ml obojętnego 96-procentowego alkoholu etylowego i rozpuszcza się klej, lekko ogrzewając na łaźni wodnej. Kleje ciemne rozpuszcza się w 50 ml mieszaniny składającej się z jednej części alkoholu etylowego i jednej części benzenu.

Kleje jasne rozpuszcza się w samym alkoholu etylowym. Po rozpuszczeniu miareczkuje się ciepły roztwór za pomocą 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do uzyskania trwałego słabioróżowego zabarwienia.

W celu łatwiejszego uchwycenia zabarwienia przy klejach ciemnych roztwór rozcieńcza się do 200 ml.

8. Obliczenie wyników. Zawartość kalafonii wolnej w kalafonii całkowitej K_{wc} oblicza się w procentach wg wzoru

$$K_{wc} = \frac{a \cdot 333}{n \cdot c}$$

w którym:

- a - ilość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania kleju, ml,
- n - odważka kleju, g,
- c - zawartość kalafonii całkowitej w kleju, %, wg załącznika 5.

9. Dopuszczalna rozbieżność wyników. Równoległe oznaczenia nie powinny różnić się więcej niż o 2%.

10. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń obliczoną z dokładnością do 0,01%.

METODA OZNACZANIA ZAWARTOŚCI CZĄSTEK KLEJU O WIELKOŚCI POWYŻEJ 2 μ

1. Zasada. Oznaczanie zawartości cząstek kleju o wielkości powyżej 2 μ polega na mikroskopowej obserwacji kleju i określeniu względnej średnicy cząstek za pomocą okularu z podziałką i wielkości bezwzględnej za pomocą szkiełka mikrometrycznego.

2. Przyrządy

- a) Mikroskop wyposażony w okular z podziałką.
- b) Szkiełko mikrometryczne ze skalą jednomilimetrową podzieloną na 100 części.

3. Przygotowanie próbki do oznaczania. Pobraną próbkę laboratoryjną kleju wg załącznika 3 rozcieńcza się wodą destylowaną w stosunku 1:10.

4. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej pięć równoległych oznaczeń.

5. Wykonanie oznaczania. Kroplę rozcieńczonego kleju umieszcza się na szkiełku przedmiotowym pod obiektywem mikroskopu, stosując powiększenie 400-krotne. Określa się względną średnicę cząstek za pomocą okularu z podziałką. Następnie umieszcza się pod obiektywem mikroskopu szkiełko mikrometryczne i odczytuje, ilu podziałkom na okularze odpowiada 10μ przy powiększeniu 400-krotnym. Odległość między kreskami okularu (najmniejsza podziałka) wynosi przy tym powiększeniu 3μ .

W celu ustalenia procentowej zawartości cząstek o wielkości powyżej 2μ w kleju ocenia się szacunkowo w stosunku do odległości między kreskami, jaką część powierzchni pola mikroskopowego one zajmują.

6. Obliczanie wyników. Zawartość cząstek kleju o wielkości powyżej 2μ C oblicza się w procentach wg wzoru

$$C = \frac{a}{b} \cdot 100$$

w którym:

- a - powierzchnia zajmowana przez cząstki powyżej 2μ ,
- b - całkowita powierzchnia pola mikroskopowego zajmowana przez cząstki kleju.

7. Dopuszczalna rozbieżność wyników. Równoległe oznaczenia nie powinny różnić się więcej niż o 5%.

8. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną pięciu równoległych oznaczeń obliczoną z dokładnością do 1%.

Załącznik 8

do BN-65/7311-08

METODA OZNACZANIA ZDOLNOŚCI DO ROZCIEŃCZANIA W WODZIE I OZNACZANIA ZAWARTOŚCI OSADU

1. Zasady

1.1. Zasada oznaczania rozpuszczalności w wodzie polega na rozpuszczeniu określonej ilości kleju w określonej ilości wody destylowanej zimnej lub ciepłej, w zależności od zawartości wolnej kalafonii.

1.2. Zasada oznaczania ilości osadu w kleju po rozpuszczeniu w wodzie lub po 6-tygodniowym składowaniu polega na pozostawieniu kleju w temperaturze $10 \pm 30^{\circ}\text{C}$ i na sprawdzeniu zdolności do rozcieńczenia w wodzie.

2. Przyrządy

- a) Wyskalowana kolba stożkowa o pojemności 100 ml, wg PN-57/C-13000.
- b) Zlewka o pojemności 200 ml, wg PN-58/C-13004.
- c) Naczynko wagowe, wg PN-58/C-13024.
- d) Lejek szklany, wg PN-57/C-13031.
- e) Termometr o zakresie temperatur $0 \pm 120^{\circ}\text{C}$, wg PKN/M-53755.
- f) Sito fosforobrazowe nr 70, wg PN-58/M-94008, załącznik 2.

3. Pobieranie i przygotowanie próbek laboratoryjnych oraz ich wielkość według załącznika 3 z tym warunkiem, że wielkość próbki powinna wynosić około 20 g dla każdego oznaczania.

4. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia dla każdego badania.

5. Wykonanie oznaczeń

5.1. Wykonanie oznaczania zdolności do rozcieńczenia w wodzie. Do naczynka wagowego odważa się około 5 g kleju z dokładnością do 0,1 g, a następnie przenosi się jego zawartość do kolby stożkowej

pojemności 100 ml, spłukując wodą o temperaturze $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przy klejach o małej zawartości wolnej kalafonii i $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przy klejach o dużej zawartości wolnej kalafonii. Zawartość kolby stożkowej wypełnia się do objętości 100 ml wodą destylowaną o odpowiedniej temperaturze (20 lub 50°C) i dokładnie miesza. Po $3 \div 5$ min sprawdza się, czy nastąpiło całkowite rozpuszczenie kleju. W tym celu zawartość kolby stożkowej cedzi się przez sito fosforobrazowe.

5.2. Wykonanie oznaczania zawartości osadu. Próbkę kleju pobraną wg p. 3 pozostawia się w zamkniętym naczyniu w pomieszczeniu o temperaturze $10 \div 30^{\circ}\text{C}$ na okres 6 tygodni. Naczynie z próbką kleju należy zabezpieczyć przed bezpośrednimi promieniami słońca. Po upływie tego czasu sprawdza się zdolność do rozcieńczenia w wodzie wg 5.1 z tym, że zawartość kolby stożkowej cedzi się przez startowane sito i po odciknięciu cieczy w ciągu 60 ± 5 min waży się osad z sitem.

6. Obliczanie wyników. Zawartość osadu na sicie Z_o oblicza się w procentach według wzoru

$$Z_o = \frac{a - b}{n} \cdot 100$$

którym:

a - masa sita z osadem, g,

b - masa samego sita, g,

n - odważka badanego kleju, g.

7. Dopuszczalna rozbieżność wyników. Równoległe oznaczania nie powinny różnić się więcej niż 5%.

8. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń obliczoną z dokładnością do 0,1%.

Załącznik 9

do BN-65/7311-08

METODA OZNACZANIA SKŁONNOŚCI DO PIENIENIA

1. Zasada. Oznaczanie skłonności do pienienia polega na określeniu wysokości piany oraz czasu jej opadania. Pianę wytwarza się w znormalizowanych warunkach.

2. Przyrządy

a) Naczynie wagowe, wg PN-58/C-13024.

b) Cylinder pomiarowy o pojemności 250 ml, wg PN-54/C-13051.

c) Lejek szklany, wg PN-57/C-13031.

d) Pręcik szklany.

e) Termometr o zakresie temperatur $0 \div 120^{\circ}\text{C}$, wg PKN/M-53755.

3. Pobieranie i przygotowanie próbek oraz ich wielkość - wg załącznika 3.

4. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczania.

5. Wykonanie oznaczania. Do naczynia wagowego odważa się 5 g kleju z dokładnością do 0,2 mg i wlewa się ilościowo jego zawartość do cylindra pomiarowego o pojemności 250 ml. Następnie wlewa się wodę destylowaną o temperaturze $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przy klejach o niskiej zawartości wolnej kalafonii i $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ przy klejach o wysokiej zawartości wolnej kalafonii, uzupełniając objętość mieszaniny do 250 ml. Po dokładnym wymieszaniu kleju, za pomocą pręcika szklanego wyklóca się zawartość cylindra pomiarowego w ciągu 2 min i określa wysokość powstałej piany w mililitrach oraz czas jej opadania pierwotnych 50 ml w minutach.

6. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

Dokładność podawania wyniku dla wysokości piany wynosi 5 ml.

Dokładność podawania czasu opadania piany wynosi 10 min.

X 43

1. W punkcie 1.3. Normy związane,

— zamiast: PN/C-04504 oraz PN/C-04507, powinno być: PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

— zamiast: PN-57/C-13000, powinno być: PN-73/B-13005 Szklany sprzęt laboratoryjny. Kolby produkowane metodą hutniczą

— zamiast: PN-58/C-13004, powinno być: PN-72/B-13004 Szklany sprzęt laboratoryjny. Zlewki

— zamiast: PN/C-13018, powinno być: BN-76/6851-28 Szklany sprzęt laboratoryjny. Chłodnice kulkowe

— zamiast: PN-53/C-13030, powinno być: PN-74/B-13035 Szklany sprzęt laboratoryjny. Lejki rozdzielcze

— zamiast: PN-57/C-13031, powinno być: PN-72/B-13031 Szklany sprzęt laboratoryjny. Lejki

— zamiast: PN-57/C-13039, powinno być: PN-75/B-13039 Naczynia pomiarowe. Ekscykatory

— zamiast: PN-54/C-13051, powinno być: BN-73/6851-10 Naczynia pomiarowe. Cylindry pomiarowe

— zamiast: PN-C/53003, powinno być: BN-64/7020-01 Porcelanowy sprzęt laboratoryjny. Tygle

— zamiast: PN/C-60009, powinno być: PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

— zamiast: PN-62/C-80000, powinno być: BN-70/6191-90 Odczynniki. Kwas solny

— zamiast: PN-57/C-80083, powinno być: BN-74/6191-129 Odczynniki. Chlorek sodowy

— zamiast: PN-58/C-80568, powinno być: BN-75/6197-04 Wskaźniki. Fenoloftaleina

— zamiast: PN/M-53755, powinno być: PN-65/S-13715 Termometry szklane. Termometry laboratoryjne precyzyjne

— zamiast: PN-58/M-94008, powinno być: PN-71/M-94008 Sita z drutu. Wymiary oczek

w tablicy, str. 2, rubr.: własności dla surowców, str. 2,

— zamiast: PN-58/C-97501, powinno być: PN-72/C-97501

— zamiast: PN-61/C-84001, powinno być: PN-74/C-84001

— zamiast: PN-59/C-84124, powinno być: BN-75/6016-51

— zamiast: PN-62/C-84038, powinno być: PN-71/C-84038

— zamiast: PN-55/C-84040, powinno być: BN-75/6015-01.

2. W punkcie 3.1. **Opakowania transportowe**, zamiast: PN-61/M-79104, powinno być: BN-69/5046-03.

3. W punkcie 3.2. **Znakowanie**, w poz. d), zamiast: waga, powinno być: masa.

4. W ZAŁĄCZNIKU 1, p. 2. **Pobieranie próbek**,

— zamiast: PN-C/04504 i PN-C/04507, powinno być: PN-67/C-04500

— zamiast: PN/C-60009, powinno być: PN-74/C-60008.

5. W ZAŁĄCZNIKU 2, (tablica), dla kwasowości ogólnej, oznaczenia jednostek: (ml/g), zastępuje się cm^3/g .

6. W ZAŁĄCZNIKU 3,

— zamiast: PN-62/C-80000, powinno być: BN-70/6191-90

— zamiast: PN/C-53003, powinno być: BN-64/7027-01

— zamiast: PN-57/C-13039, powinno być: PN-75/B-13039.

7. W ZAŁĄCZNIKU 4,

— zamiast: PN-57/C-80083, powinno być: BN-74/6191-129

— zamiast: PN-57/C-13000, powinno być: PN-73/B-13005

— zamiast: PN/C-13018, powinno być: BN-76/6851-28

— zamiast: PN/C-13030, powinno być: PN-74/B-13035.

8. W ZAŁĄCZNIKU 5,

— zamiast: PN-57/C-80083, powinno być: BN-74/6191-129

— zamiast: PN-53/C-13030, powinno być: PN-74/B-13035

— zamiast: PN-57/C-13000, powinno być: PN-73/B-13005

— zamiast: PN-54/C-13051, powinno być: BN-73/6851-10.

9. W ZAŁĄCZNIKU 6, zamiast: PN-58/C-80568, powinno być: BN-75/6197-04.

10. W ZAŁĄCZNIKU 7, w treści załącznika symbol jednostki: μ , zastępuje się symbolem: μm .

11. W ZAŁĄCZNIKU 8,

— zamiast: PN-57/C-13000, powinno być: PN-73/B-13005

— zamiast: PN-58/C-13004, powinno być: PN-72/B-13004

— zamiast: PN-57/C-13031, powinno być: PN-72/B-13031

— zamiast: PKN/M-53755, powinno być: PN-65/S-13715

— zamiast: PN-58/M-94008, powinno być: PN-71/M-94008.

12. W ZAŁĄCZNIKU 9,

— zamiast: PN-54/C-13051, powinno być: BN-73/6851-10

— zamiast: PN-57/C-13031, powinno być: PN-72/B-13031

— zamiast: PKN/M-53755, powinno być: PN-65/S-13715.

13. W treści normy,

— zamiast: litr, powinno być: decymetr sześcienny,

— zamiast: l, powinno być: dm^3 ,