

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Środki pomocnicze dla garbarstwa Likier K-1	6063-05
		Grupa katalogowa X 95 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest środek pomocniczy dla garbarstwa o nazwie handlowej Likier K-1, stosowany w garbarstwie do natłuszczenia skór.

1.2. Określenia. Likier K-1 - produkt siarczanowania tranu i oleju rycynowego.

1.3. Normy związane

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

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN-66/O-79031 Opakowania transportowe. Bębny i bańki metalowe. Szereg wymiarowy

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

2. OZNACZENIE

LIKIER K-1 BN-71/6063-05
SWW 1286-413

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Likier K-1 w temperaturze pokojowej powinien być gęstą, oleistą cieczą, barwy od żółtobrunatnej do ciemnobrunatnej, o słabym charakterystycznym zapachu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Tablica 1

Wymagania	
a) Substancji emulgujących, %	28 ÷ 34
b) Substancji emulgowanych, %	20 ÷ 25
c) Popiołu, %, nie więcej niż	3
d) Substancji tłuszczonej, %	49 ÷ 55
e) pH, 10-procentowej emulsji	6 ÷ 7,5
f) Wody, %, nie więcej niż	48
g) Żelaza, %, nie więcej niż	0,07
h) Trwałości 10-procentowej emulsji, godz, nie mniej niż	5

3.3. Trwałość. Likier K-1 opakowany wg 4.1, przechowywany wg 4.2 powinien odpowiadać wymaganiom 3.1 i 3.2 w ciągu 6 miesięcy, licząc od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Likier K-1 należy pakować w przeznaczone do wielokrotnego użytku bębny metalowe lekkie, z dnami stałymi, z otworem do napełniania umieszczonym w dnie lub poboczniczy, zamkniętym korkiem gwintowanym, niepokryte, pojemności 200 dm³ wg BN-69/5046-02 z tym, że dopuszcza się pakowanie w inne bębny metalowe pojemności 200 dm³, z dnami stałymi, zamknięte korkiem gwintowanym, umieszczonym w dnie lub poboczniczy i mające w miarę możliwości wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-66/O-79031, zabezpieczające produkt co najmniej w takim stopniu, jak opakowanie wg BN-69/5046-02. Likier K-1 może być pakowany w beczki polietylenowe²⁾.

¹⁾Symbol wg SWW: 1286-413.

²⁾Patrz Informacje dodatkowe.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 18 grudnia 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1972 r.
(Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 117)

Znakowanie opakowań wykonać wg PN-67/0-79252, umieszczając na każdym opakowaniu trwały napis, zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) numer partii,
- d) masę brutto i netto.

4.2. Przechowywanie. Likier K-1 opakowany wg 4.1 należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych o temperaturze $+5 \div +25^{\circ}\text{C}$. Bębny metalowe i beczki polietylenowe powinny być ustawione w jednej warstwie, korkami do góry.

4.3. Transport. Likier K-1 opakowany wg 4.1 może być przewożony dowolnymi środkami transportu. Dopuszczalna liczba warstw opakowań bez względu na rodzaj środka transportu wynosi:

- a) gdy produkt jest pakowany w bębny metalowe - 2,
- b) gdy produkt jest pakowany w beczki polietylenowe - 1.

Ładować należy do możliwie pełnego wykorzystania użytego środka transportu. Likier K-1 może być przewożony w wagonach niekrytych z bocznymi ścianami jak i innych niekrytych środkach transportu. Załadowane do wagonów bębny i beczki powinny być zabezpieczone przed przemieszczaniem się w czasie transportu, w sposób określony przepisami kolejowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości substancji emulgujących,
- b) oznaczanie zawartości substancji emulgowanych,
- c) oznaczanie zawartości popiołu,
- d) obliczanie zawartości substancji tłuszczowej,
- e) oznaczanie pH, 10-procentowej emulsji,
- f) oznaczanie zawartości wody,
- g) oznaczanie zawartości żelaza,
- h) oznaczanie trwałości 10-procentowej emulsji.

5.2. Wielkość partii nie powinna przekraczać 1600 kg.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Z każdej partii, w zależności od jej liczności, należy wybrać w sposób losowy do pobrania próbek liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Próbki należy pobierać zgłębnikiem 2 wg PN/C-60008 z całej wysokości warstwy w bębnie.

Wybór opakowań, pobieranie próbek pierwotnych, sporządzanie próbki ogólnej i średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN-67/C-04500. Masa próbki ogólnej powinna wynosić nie mniej niż 1 kg, a masa średniej próbki laboratoryjnej nie mniej niż 200 g.

Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać w suchych butelkach szklanych w ciągu 6 tygodni, licząc od daty wyprodukowania.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości substancji emulgujących i emulgowanych

5.4.1.1. Odczynniki

- a) Eter naftowy frakcja 40 + 60°C.
- b) Alkohol etylowy cz., 70-procentowy.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę Likieru K-1 w ilości około 2 g odważoną z dokładnością do 0,0002 g umieścić w rozdzielaczu pierwszym i wytrząsać mocno z mieszaniną 25 cm³ eteru naftowego i 25 cm³ alkoholu etylowego. Po rozdzieleniu warstw spuścić dolną warstwę alkoholową do rozdzielacza drugiego. Warstwę górną pozostałą w rozdzielaczu pierwszym wytrząsać ponownie z 12 cm³ alkoholu etylowego i po rozdzieleniu dolną warstwę alkoholową dodać do znajdującej się w rozdzielaczu drugim warstwy alkoholowej.

Całość warstwy alkoholowej (rozdzielacz drugi) wytrząsać z 25 cm³ eteru naftowego i po rozdzieleniu warstwę alkoholową spuścić do suchej zważonej kolby pierwszej. Warstwę eterową (górną) połączyć z warstwą eterową znajdującą się w rozdzielaczu pierwszym i spuścić do kolby drugiej wysuszonej i zważonej jak poprzednia. Rozdzielacz spłukać kilkoma cm³ eteru naftowego.

Eter naftowy i alkohol etylowy oddestylować z obu kolb na łaźni wodnej. Pozostałość w obu kolbach suszyć do stałej masy w temperaturze 100 + 105°C.

Zawartość substancji emulgujących (A) i zawartość substancji emulgowanych (B) obliczyć w procentach wg wzorów

$$A = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

$$B = \frac{m_2 \cdot 100}{m}$$

w których:

- m_1 - masa ekstraktu alkoholowego, g,
 m_2 - masa ekstraktu eterowego, g,
 m - odważka Likieru K-1, g.

5.4.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń wyrażonych w procentach, których różnica jest nie większa niż 1.

5.4.2. Oznaczanie popiołu. Do tygla wyprażonego do stałej masy odważyć 4,9 ÷ 5,1 g Likieru K-1 z dokładnością do 0,0002 g.

Tygiel wstawić do suszarki o temperaturze 105°C na 2 godz. Z ilościowego sączka przygotować knot, zanurzyć w tyglu dodając 1÷2 cm³ alkoholu etylowego i po nasyceniu knota Likierem K-1 zapalić. Po spaleniu próbki tygiel ogrzewać na palniku do całkowitego spopielenia zawartości, wstawić do pieca mufłowego o temperaturze około 900°C i prażyć do stałej masy. Tygiel z popiołem pozostawić do dalszych badań.

Zawartość popiołu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m_1 - masa popiołu, g,

m_2 - odważka Likieru K-1, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwu oznaczeń wyrażonych w procentach. Różnica między oznaczeniami nie może być większa od 0,2.

5.4.3. Obliczanie zawartości substancji tłuszczowej. Zawartość substancji tłuszczowej (Y) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Y = A + B - X$$

w którym:

A - zawartość substancji emulgujących oznaczana wg 5.4.1,

B - zawartość substancji emulgowanych oznaczana wg 5.4.1,

X - zawartość popiołu oznaczana wg 5.4.2.

5.4.4. Oznaczanie pH. 10-procentowej emulsji wodnej wykonać za pomocą papierków wskaźnikowych.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-66/C-04523.

5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.6.1. Przyrządy

Spektrokolorymetr "Spekol" produkcji firmy Carl Zeiss lub inny fotokolorymetr.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4) roztwór 1+1 (V/V).

b) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 2n.

d) Wzorcowy roztwór żelaza o stężeniu 1 mg/cm³ wg PN-68/C-06500.

e) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

f) Mieszanina:

- eter etylowy cz.d.a.,

- alkohol izoamylowy cz.d.a., roztwór 1+1 (V/V).

5.4.6.3. Przygotowanie roztworu do badań. Do popiołu znajdującego się w tyglu wg 5.4.2 dodać 6 cm³ kwasu azotowego i ogrzewać ostrożnie do wrzenia, utrzymując ten stan w ciągu 10 min. Po ostudzeniu tygla zawartość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, spłukując tygiel wodą, dodać 10 cm³ kwasu solnego i uzupełnić wodą do kreski.

5.4.6.4. Przygotowanie i pomiar absorbancji wzorca. Z biurety pojemności 10 cm³ napełnionej wzorcowym roztworem żelaza przygotowanym wg 5.4.6.2 d) odmierzyć 3,5 cm³ do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dodać 5 cm³ 2n roztworu kwasu siarkowego i uzupełnić wodą do kreski. Z kolby przenieść do rozdzielacza 5 cm³ roztworu, dodać 5 cm³ roztworu rodanku amonowego i ekstrahować dwukrotnie, używając za każdym razem 10 cm³ mieszaniny eterowo-alkoholowej.

Połączone ekstrakty przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i uzupełnić mieszaniną eterowo-alkoholową do kreski.

Zmierzyć wartość absorbancji przygotowanego roztworu w kuwecie o grubości pochłaniającej 1 cm przy długości fali 495 nm. Jako odnośnik stosować mieszaninę eterowo-alkoholową.

5.4.6.5. Pomiar zawartości żelaza. Z kolby pomiarowej wg 5.4.6.3 pobrać pipetą 5 cm³ roztworu i przenieść do rozdzielacza, dodać 5 cm³ roztworu rodanku amonowego i ekstrahować dwukrotnie, używając za każdym razem po 10 cm³ mieszaniny eterowo-alkoholowej. Ekstrakty przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić mieszaniną eterowo-alkoholową do kreski i mierzyć absorbancję wg 5.4.6.4.

5.4.6.6. Wynik. Badana próba odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego wg 5.4.6.5 jest mniejsza lub równa absorbancji roztworu wzorcowego wg 5.4.6.4.

5.4.7. Oznaczanie trwałości emulsji. Do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³ z doszlifowanym korkiem wlać 90 cm³ wody o twardości do 4,28 mval/dm³ i temperaturze 50°C oraz 10 cm³ Likieru K-1, po czym wstrząsać w ciągu 1 min. Powinna powstać jednolita emulsja nie wykazująca w ciągu 5 godz widocznego nieuzbrojonym okiem rozwarstwienia.

6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do dnia 31 grudnia 1973 r. dopuszcza się produkcję Likieru K-1 o zawartości substancji emulgujących 27 ÷ 37% i o zawartości substancji emulgowanych 17 ÷ 27%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6063-05

- a) Niniejsza norma zastępuje ZN-64/MPCh-SP-109,
- b) WT-14/B/68 Opakowania transportowe. Beczki polietylenowe V-115 l (Zakłady Chemiczne "Boryszew" w Sochaczewie),
- c) Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (Do art. 27 ust. 4 pkt. 4 DKP).