

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-67
	Produkty suchej destylacji drewna Octan wapniowy techniczny	6076-07
		Grupa katalogowa X 42

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest octan wapniowy techniczny otrzymywany przez zobojętnienie wodorotlenkiem wapniowym par kwasu octowego, po oddzieleniu frakcji metanolowej, pochodzącego z rozkładowej destylacji drewna drzew liściastych.

Octan wapniowy jest solą wapniową kwasu octowego i ma:

a) wzór sumaryczny: $C_4H_6O_4Ca$

b) wzór budowy: $\begin{matrix} CH_3COO \\ CH_3COO \end{matrix} > Ca$

c) ciężar cząsteczkowy: 158,17 (1966 r.).

1.2. Zastosowanie przedmiotu normy. Octan wapniowy techniczny ma zastosowanie głównie do produkcji kwasu octowego oraz do produkcji acetonów i estrów.

1.3. Normy związane

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór sztuk do próbek

PN-60/P-79005 Worki papierowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Ustala się dwa gatunki octanu wapniowego technicznego: I i II.

2.2. Przykład oznaczenia octanu wapniowego technicznego gatunku I:

OCTAN WAPNIOUY TECHNICZNY I BN-67/6076-07

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan wapniowy techniczny powinien mieć postać proszku lub nieregularnych kawałków (bryłek) barwy szarej o odcieniu od stalowego do brunatnego.

3.2. Wymagania szczegółowe podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Bezwodnego octanu wapniowego, %, co najmniej	80	76
b) Wody, %, najwyżej	5	5
c) Zanieczyszczeń mechanicznych, %, najwyżej	2	3
d) Substancji smolistych, %, najwyżej	1	2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Octan wapniowy techniczny do obrotu krajowego powinien być pakowany w potrójne worki papierowe o pojemności netto 20 lub 40 kg, wg PN-60/P-79005.

Na workach należy umieścić trwały napis, zawierający:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,

- numer partii,
- nazwę brutto i netto.

4.2. Przechowywanie. Octan wapniowy techniczny powinien być przechowywany w krytych, suchych i przewiewnych pomieszczeniach.

4.3. Transport. Octan wapniowy techniczny powinien być przewożony krytymi środkami lokomocji.

Zjednoczenie Przemysłu Płyt, Sklejek i Zapalek
Ustanowiona przez Dyrektora ZPPSiZ dnia 21 lipca 1967 r. jako norma obowiązująca
w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1968 r. (Mon. Pol. nr 53/1967 poz. 264)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań. Octan wapniowy techniczny należy poddać badaniom w następującej kolejności:

- ogłędziny zewnętrzne,
- oznaczanie zawartości bezwodnego octanu wapniowego,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie zawartości zanieczyszczeń mechanicznych,
- oznaczanie zawartości substancji smolistych.

5.2. Wielkość partii. Partię octanu wapniowego technicznego stanowi ilość wyprodukowana w czasie jednej zmiany toku produkcyjnego o charakterze ciągłym lub okresowym.

5.3. Pobieranie próbek — wg PN/C-04507. W zależności od liczności partii należy w celu pobrania próbek pobrać losowo metodą na ślepo wg PN/N-03010 worki z octanem wapniowym w liczbie określonej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczność partii sztuk	Liczba worków octanu wapniowego, które należy wybrać z partii do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 25	5
26 ÷ 63	10
64 ÷ 160	15
161 ÷ 400	25
powyżej 400	40

Z każdego wybranego worka octanu wapniowego należy pobrać zgłębnikiem wg PN/C-60010 próbki pierwotne ze środka opakowania i z miejsca położonego w odległości $\frac{1}{6}$ szerokości opakowania z całej grubości warstwy.

Średnią próbkę laboratoryjną w ilości 400 g należy przygotować wg PN/C-04506, umieszczając ją w dwóch szklanych słojach z doszlifowanymi korkami — po 200 g w każdym. Słoje powinny być szczelnie zamknięte, zalane parafiną i zabezpieczone pieczęcią odbiorcy.

Na słojach należy umieścić nalepki z napisem zawierającym: nazwę wytwórni, nazwę produktu, numer partii, wagę netto oraz datę i miejsce pobrania próbek.

Jeden słoje należy przesłać do laboratorium w celu wykonania analizy, a drugi przechowywać przez 6 tygodni na wypadek analizy rozjemczej.

5.4. Opis badań

5.4.1. Ogłędziny zewnętrzne. Należy zbadać organoleptycznie zgodność badanej próbki z wymaganiami podanymi w 3.1.

5.4.2. Oznaczanie zawartości bezwodnego octanu wapniowego

5.4.2.1. Przyrządy

- Kolba stożkowa pojemności 200 ml.
- Chłodnica Liebiga długości 600 mm.
- Nasadka stożkowa z łapaczem kropel, gruszkowa.
- Kolba stożkowa pojemności 750 ml — odbieralnik destylatu.
- Wkraplacz na 200 ml.
- Biureta pojemności 50 ml.

5.4.2.2. Odczynniki

- Kwas fosforowy stężony cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 1n.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.4.2.3. Zestawienie przyrządów. Kolbę stożkową pojemności 200 ml połączyć z chłodnicą wkraplacza Liebiga. Przez korek kolby stożkowej wpuścić rurkę wkraplacza oraz połączyć nasadkę destylacyjną z chłodnicą. Za chłodnicą ustawić kolbę stożkową pojemności 750 ml.

Kolbę stożkową umieścić na płycie azbestowej i ogrzewać palnikiem lub grzejnikiem elektrycznym.

5.4.2.4. Przygotowanie próbki. Próbkę przygotowaną wg 5.4.3.1 wysuszyć do stałej masy.

5.4.2.5. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanego octanu wapniowego przygotowanego wg 5.4.2.4 należy odważyć z dokładnością do 0,001 g, następnie wsypać przez szklany lejek do kolby, po czym popłukać dokładnie naczynie wagowe i lejek wodą w ilości około 50 ml.

Do kolby należy wlać ostrożnie 15 ml stężonego kwasu fosforowego w taki sposób, aby nie rozlać go po ściankach kolby. Następnie należy przeprowadzić destylację z takim wyliczeniem, aby otrzymać 500 ml destylatu. Podczas destylacji należy wkraplać wodę do kolby tak szybko, jak szybko skrapla się destylat. Całą objętość destylatu należy miareczkować 1n roztworem wodorotlenku sodowego wobec 3—4 kropli fenoloftaleiny do chwili otrzymania nie znikającego zabarwienia jasnorożowego.

Zawartość bezwodnego octanu wapniowego (X_1) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,079 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego octanu wapniowego, g,

0,079 — ilość octanu wapniowego odpowiadająca 1 ml 1n NaOH, g.

5.4.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wartości mniejszej.

5.4.3. Oznaczanie zawartości wody

5.4.3.1. Przygotowanie próbki. Przeznaczoną do badań próbkę należy dokładnie rozdrobnić w porcelanowym moździerzu, a następnie przesiać przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 1 mm.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego octanu wapniowego przygotowanego wg 5.4.3.1 odważyć z dokładnością do 0,001 g i wsypać do uprzednio wysuszonego i zważonego z tą samą dokładnością naczynka wagowego z doszlifowaną nakrywką.

Badany octan wapniowy suszyć co najmniej przez 1 godz w suszarce w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ w otwartym naczynku, następnie ostudzić w eksykatorze nad kwasem siarkowym, po 30 min zamknąć naczynko nakrywką i zważyć.

Następnie należy ponownie suszyć w suszarce przez 30 min, ostudzić w eksykatorze i zważyć. Jeżeli po drugim suszeniu masa substancji zmniejszy się więcej niż o 1 mg, należy suszyć ponownie.

Z chwilą gdy dwa kolejne ważenia nie wykażą różnicy większej niż 1 mg, suszenie do stałej masy uważa się za zakończone.

Zawartość wody (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m — odważka badanego octanu wapniowego, g,

m_1 — masa badanego octanu wapniowego po wysuszeniu, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wartości mniejszej.

5.4.4. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń mechanicznych

5.4.4.1. Odczynniki

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Papierek lakmusowy.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego octanu wapniowego, odważonego w naczynku wagowym z dokładnością do 0,001 g, wsypać do kolby pojemności 200 ml. Naczynko wagowe do-

kładnie spłukać 50 ml wody, wlewając ją do kolby z badanym octanem. Po rozpuszczeniu octanu wapniowego dodać 50 ml kwasu solnego i gotować na łaźni wodnej pod wyciągiem w temperaturze wrzenia cieczy w ciągu 30 min. Po ostudzeniu roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony i zważony z dokładnością do 0,001 g tygiel z dnem porowatym. Pozostałość w tyglu należy przemyć ciepłą wodą do chwili całkowitego usunięcia kwasów i soli wapniowych, co stwierdza się przez badanie papierkiem lakmusowym odczynu przesączu pod koniec sączenia. Tygiel z pozostałą zawartością wstawić do suszarki i suszyć w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość zanieczyszczeń (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \quad (3)$$

w którym:

m — masa pozostałości po wysuszeniu, g,

m_1 — odważka badanego octanu wapniowego, g.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wartości mniejszej.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji smolistych

5.4.5.1. Przyrządy

a) Tygiel z dnem porowatym nr 1 lub nr 2.

b) Kolorymetr Hehnera z dwoma cylindrami pomiarowymi po 100 ml.

5.4.5.2. Odczynniki

a) Aceton cz.d.a.

b) Dwuchromian potasowy, roztwór wzorcowy o stężeniu 0,0125 g w 1000 ml roztworu: 1,250 g dwukrotnie przekrystalizowanego i wysuszonego do stałej masy dwuchromianu potasowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, wsypać do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i po rozpuszczeniu dopełnić wodą do kreski. Z tak przygotowanego roztworu pobrać pipetą 10 ml do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, następnie napęlić wodą do kreski.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po oznaczaniu zanieczyszczeń (p. 5.4.4.2) przemywać gorącym acetonem do chwili, gdy 10 ml przesączu nie wykaże silniejszego zabarwienia niż 10 ml wzorcowego roztworu dwuchromianu potasowego. Porównanie zabarwienia należy przeprowadzić w cylindrach Hehnera.

Pozostałość w tyglu należy wysuszyć w suszarce w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość substancji smolistych (X_4) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m - m_2) \cdot 100}{m_1} \quad (4)$$

w którym:

m — masa pozostałości w tyglu przed oddzieleniem substancji smolistych, g,

m_1 — odważka octanu wapniowego pobranego do badania (p. 5.4.4.2), g,

m_2 — masa pozostałości w tyglu po oddzieleniu substancji smolistych, g.

5.4.5.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wartości mniejszej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-67/6076-07

Norma została opracowana na podstawie PN-54/C-97515.