

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-67 6066-01
	Środki do flotacji Synpinol 30	
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest synpinol 30, otrzymywany z terpentyny siarczanowej surowej lub rektyfikowanej albo ekstrakcyjnej lub balsamicznej, stosowany jako środek pianotwórczy do procesów flotacji.

1.2. Normy związane

PN/C-04505 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów ciekłych
 PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne
 PN-63/C-13011 Szlify stożkowe złącz szklanych
 PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych
 PN-54/C-97025 Produkty węglowodórne. Ksylen
 PN-53/C-97069 Produkty węglowodórne. Oznaczanie wysokości warstwy wody w cysternie
 PN-61/M-79104 Opakowania metalowe. Beczki z dnami stałymi
 PN/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór sztuk do próbek

2. OZNACZENIE

SYNPINOL 30 BN-67/6066-01

3. WYMAGANIA

Wymagania dla synpinolu 30 podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Wygląd i barwa	ciecz przezroczysta, barwy od jasnożółtej do brązowej
b) Osadu	nie zawiera
c) Alkoholi terpenowych w przeliczeniu na terpineol, %, co najmniej	30
d) Wody, %, najwyżej	1,0

cd. tabl. 1

Wymagania	
e) Liczba kwasowa, mg KOH na 1 g, najwyżej ¹⁾	10
¹⁾ Na życzenie odbiorcy liczba kwasowa - najwyżej 5 mg KOH na 1 g.	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Synpinol należy dostarczać w cysternach stalowych lub w beczkach ocynkowanych wg PN-61/M-79104. Cysterny i beczki powinny mieć szczelne zamknięcia oraz zabezpieczenia uniemożliwiające otwarcie ich bez pozostawienia śladów.

Na beczkach należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie zgodne z rodz. 2,
- c) numer partii,
- d) wagę brutto i netto,
- e) napis "Materiał łatwopalny" i oznakowanie wg PN-60/N-79002 dla materiałów łatwopalnych.

W przypadku przewozu w cysternach oznakowanie powinno być zgodne z przepisami PKP.

4.2. Przechowywanie. Synpinol powinien być przechowywany w naczyniach zamkniętych, w miejscu zacienionym, z dala od otwartego ognia.

4.3. Transport. Synpinol w beczkach można przewozić wszelkimi środkami transportu, w sposób zabezpieczający beczki przed ewentualnym przewróceniem lub przesunięciem w czasie transportu. Przewóz synpinolu w cysternach powinien być zgodny z przepisami PKP.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN/C-04505 i PN/C-04507.

Przy dostawach synpinolu w cysternach za partię produktu należy uważać zawartość jednej cysterny, przy dostawach w beczkach - jednorazową wysyłkę do każdego odbiorcy oddzielnie.

Zjednoczenie Kopalnictwa Surowców Chemicznych
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Kopalnictwa Surowców Chemicznych dnia 12 grudnia 1967 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1968 r.
 (Mon. Pol. nr 11/1968 poz. 73)

Przy dostawach synpinolu w beczkach w zależności od liczności opakowań w partii należy wybrać wg PN/N-03010 metodą "na ślepo" podane w tabl. 2 liczby opakowań do pobrania próbek pierwotnych.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wybranych do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
251 ÷ 400	16
401 ÷ 1000	16

Próbki należy pobierać wg PN/C-04505 rurką (zgiębnikiem) przez pompowanie produktu. Przed pobraniem próbek do badań należy ustalić wg PN-53/C-97069 wysokość warstwy wodnej. W przypadku obecności wydzielonej warstwy wodnej należy skorygować poziom pobierania próbek, uwzględniając wysokość warstwy wodnej.

Średnia próbka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 2 kg.

Próbkę laboratoryjną do ewentualnych analiz rozjemczych należy przechowywać przez okres 1 miesiąca od dnia wysyłki produktu.

5.2. Opis badań

5.2.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego, barwy, obecności osadu i wydzielonej warstwy wodnej

5.2.1.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego i barwy należy wykonać organoleptycznie przez obserwację prostopadle do ścianki cylindra około 300 cm³ synpinolu pobranego do cylindra pomiarowego o pojemności 500 cm³.

Synpinol powinien odpowiadać wymaganiom podanym w tabl. 1 poz. a).

5.2.1.2. Sprawdzenie obecności osadu. Pobraną wg 5.2.1.1 próbkę synpinolu odstawić na około 20 min. Po tym czasie nie powinien na dnie cylindra pojawić się osad.

5.2.1.3. Sprawdzenie obecności wydzielonej warstwy wodnej należy wykonać wg PN-53/C-97069 w przedstawionych do odbioru cysternach lub w przypadku dostaw w beczkach - w wybranych wg tabl. 2 opakowaniach.

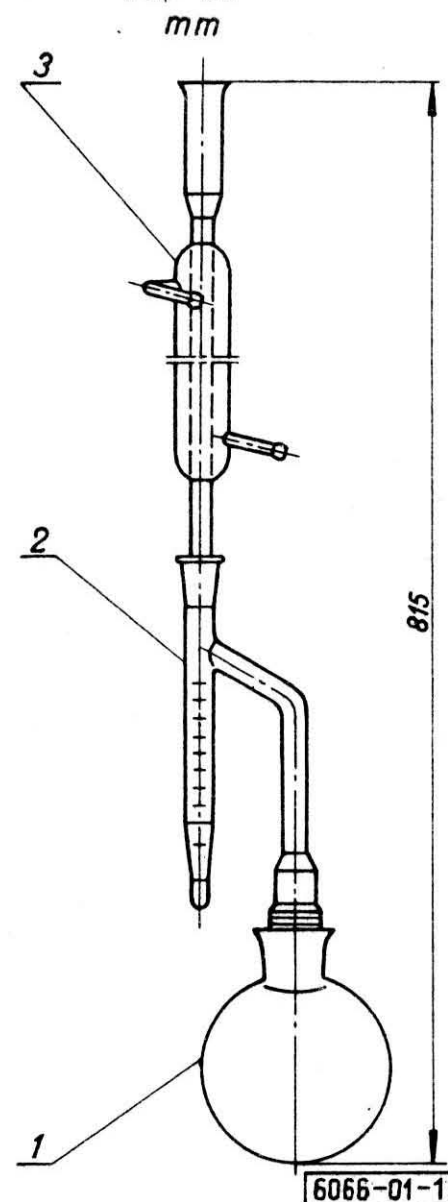
5.2.2. Oznaczanie zawartości alkoholi terpenowych

5.2.2.1. Przyrządy

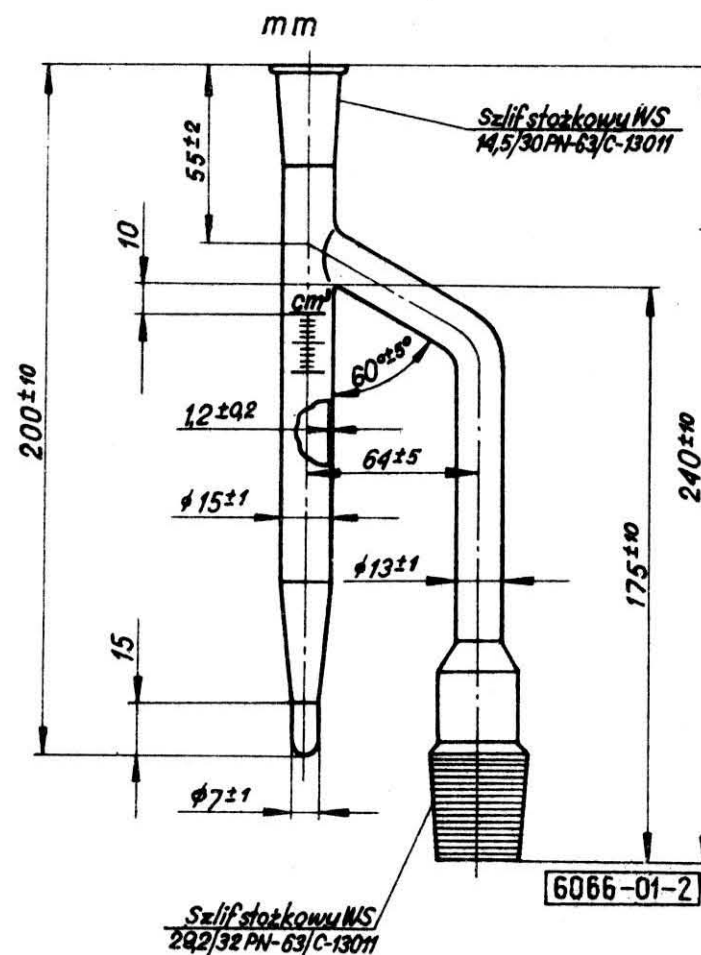
a) Aparat destylacyjny (rys. 1), w skład którego wchodzi:

- kolba 1 pojemności 500 cm³ z krótką szyjką ze szkła termicznie odpornego, ze szlifem normal-

nym 29,2/32; dopuszcza się stosowanie kolby o innym szlifie normalnym przy zastosowaniu odpowiedniej nasadki redukcyjnej;



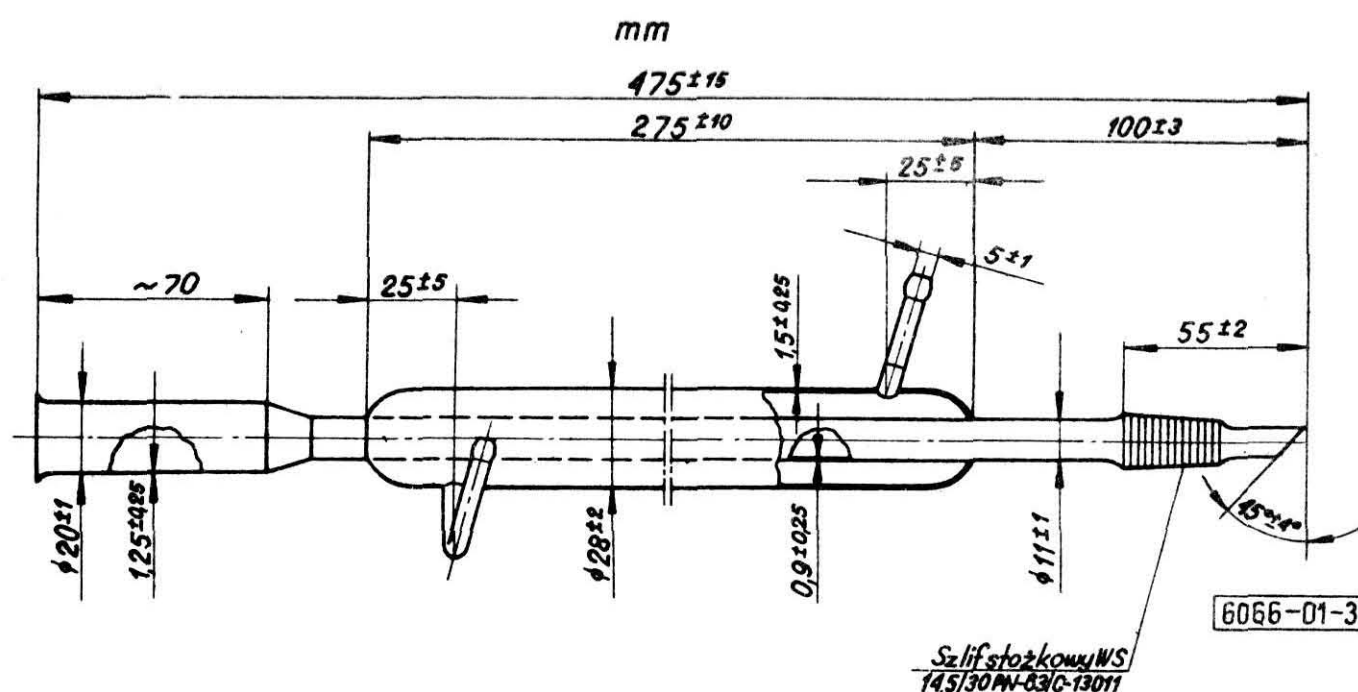
Rys. 1



Rys. 2

- odbieralnik pomiarowy 2 o kształcie i wymiarach wg rys. 2 lub o bardziej wydłużonej zwymiarowanej części dolnej, o podziale do 10 cm³ wg rys. 2,

- chłodnica 3 wg rys. 3.



Rys. 3

b) Elektryczny płaszcz grzejny lub grzejna płytka elektryczna z zakrytą spiralą.

c) Pręcik szklany długości około 500 mm z gumową nasadką lub pręcik metalowy ze zgrubieniem na końcu.

d) Pumeks lub niepolewana porcelana albo fajans, lub zatopione z jednej strony kapilary szklane.

5.2.2.2. Odczynniki i materiały

a) Ciecz azeotropująca, ksilen wg PN-54/C-97025. Ksilen mieszać z niewielką ilością wody i po wytrząsaniu w ciągu 1 min pozostawić do odstawienia wody. Po oddzieleniu warstwy wodnej cieczy przedestylować.

b) Kwas ortofosforowy krystaliczny cz.; dopuszcza się stosowanie kwasu ortofosforowego ciekłego o gęstości nie mniejszej niż 1,7.

c) Siarczan sodowy bezwodny cz. lub siarczan magnezowy cz., świeżo przeprażone w temperaturze 700 ÷ 800°C.

5.2.2.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę badanego synpinolu wysuszyć nad świeżo przeprażonym siarczanem sodowym lub magnezowym. Na 120 g synpinolu należy wziąć 30 g siarczanu. Czas trwania suszenia - 2 godz w temperaturze 20 ÷ 25°C dla siarczanu magnezowego lub w temperaturze 45 ÷ 50°C dla siarczanu sodowego. Po zakończeniu suszenia synpinol należy przesączyć. Z przygotowanej w ten sposób próbki odważyć z dokładnością do 0,01 g około 100 g synpinolu i umieścić go w kolbie. Do kolby dodać 75 cm³ ksylenu i 5 g kwasu ortofosforowego. Zawartość kolby dokładnie wymieszać przez wstrząsanie i wrzucić kilka kawałków niepolewanej porcelany lub innego środka przeciw przegrzewaniu cieczy wg 5.2.2.1 d), po czym zestawić aparaturę wg rys. 1.

Przy znacznej różnicy temperatur pomieszczenia laboratoryjnego i wody chłodzącej, do górnego zakończenia chłodnicy wprowadzić tampon waty w celu zapobieżenia kondensacji wilgoci atmosferycznej wewnątrz przestrzeni chłodzonej. Do chłodnicy włączyć obieg wody i ogrzewać kolbę elektrycznym płaszczem grzejnym lub na płytce elektrycznej grzej-

nej tak, aby uzyskać szybkość skraplania destylatu 2 ÷ 4 krople na sekundę.

Zaleca się również osłonić kolbę oraz część niekalibrowaną odbieralnika azbestem. Destylację zakończyć z chwilą całkowitej klarowności cieczy azeotropującej, przelewającej się z odbieralnika do kolby, oraz po ustaleniu się poziomu cieczy w odbieralniku. Czas destylacji nie powinien przekraczać 2 godz. Jeżeli na kilka minut przed zakończeniem destylacji w rurce chłodnicy zgromadziły się

krople wody, należy uintensywnić ogrzewanie lub zamknąć dopływ wody do chłodnicy, aby gorące pary zmyły do odbieralnika zatrzymane na ściankach chłodnicy krople wody. Jeżeli zabiegi te nie dadzą pożądanego rezultatu, wyłączyć ogrzewanie kolby i pręcikiem szklanym lub metalowym zepchnąć pozostałe krople wody ze ścianek chłodnicy do odbieralnika. Po ochłodzeniu destylatu i wody w odbieralniku do 20 ± 2°C rozmontować zestaw i pręcikiem zepchnąć krople wody przyległe do wewnętrznej strony odbieralnika.

W przypadku gdy górna warstwa cieczy w odbieralniku nie jest całkowicie klarowna lub gdy ilość wydzielonej cieczy jest niewielka (do 0,3 cm³), odbieralnik umieścić w łaźni wodnej o temperaturze około 60°C na 20 ÷ 30 min, po czym ponownie ochłodzić destylat wraz z odbieralnikiem do temperatury 20 ± 2°C i odczytać objętość zebranej cieczy z dokładnością do pierwszej górnej działki elementarnej nad powierzchnią poziomu cieczy.

Jednocześnie należy przeprowadzić oznaczanie kontrolne destylując 75 cm³ ksylenu z 5 g kwasu ortofosforowego w takich samych warunkach.

Dla uproszczenia obliczeń zakłada się, że gęstość wody w temperaturze 20 ± 2°C jest równa 1 g/cm³.

Zawartość alkoholi w przeliczeniu na terpineol (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{154 (V \cdot d - 0,023 \cdot V_1 - V_0) \cdot 100}{18 m}$$

w którym:

154 - ciężar cząsteczkowy terpineolu,

V - objętość destylatu (roztworu kwasu mrówkowego) w odbieralniku pomiarowym w oznaczaniu właściwym, cm³,

d - gęstość roztworu kwasu mrówkowego (destylatu) w oznaczaniu właściwym odczytana z tablic na podstawie ilości kwasu mrówkowego w g/dcm³ obliczonej wg wzoru

$$\frac{0,023 V_1 \cdot 1000}{V}$$

V_1 - objętość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na zmiareczkowanie destylatu w oznaczaniu właściwym, cm^3 .

0,023 - ilość kwasu mrówkowego odpowiadająca 1 cm^3 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, g,

V_0 - ilość destylatu (wody) w odbieralniku pomiarowym w oznaczaniu kontrolnym, tj. przy destylacji 75 cm^3 ksylenu z 4 g kwasu ortofosforowego, g,

18 - ciężar cząsteczkowy wody,

m - odważka produktu, g.

5.2.2.4. Wynik. Za wynik przyjąć należy średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 1.

5.2.3. Oznaczanie zawartości wody

5.2.3.1. Przyrządy - wg 5.2.2.1 a), b), c).

5.2.3.2. Odczynniki i materiały - wg 5.2.2.2 a), d).

5.2.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 50 g badanego synpinolu z dokładnością do 0,01 g i umieścić go w kolbie. Do kolby dodać 50 cm^3 ksylenu. Zawartość kolby dokładnie wymieszać przez wstrząsanie i wrzucić kilka kawałków niepolewanej porcelany lub innego środka przeciw przegrzewaniu cieczy wg 5.2.2.2 d), po czym zestawić aparaturę wg rys. 1. Destylację przeprowadzać w sposób podany w 5.2.2.3.

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość wody w odbieralniku pomiarowym, cm^3 ,

m - odważka produktu, g.

5.2.3.4. Wynik. Za wynik przyjąć należy średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,2.

5.2.4. Oznaczanie liczby kwasowej

5.2.4.1. Odczynniki

a) Alkohol etylowy 96-procentowy zobojętniony wobec fenoloftaleiny.

b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór w 70-procentowym alkoholu etylowym.

c) Wodorotlenek potasowy cz., 0,1n roztwór alkoholowy.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego synpinolu odważyć w kolbie stożkowej z dokładnością do 0,01 g i następnie wlać 15 ÷ 20 cm^3 alkoholu etylowego.

Do otrzymanego roztworu dodać 3 ÷ 4 krople fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego do różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 10 sek.

Liczbę kwasową (X_2) w miligramach KOH na 1 g produktu obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{5,611 \cdot V}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm^3 .

m - odważka badanego synpinolu, g,

5,611 - ilość wodorotlenku potasowego zawartego w 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego, mg.

5.2.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,2.

K O N I E C