

TWORZYWA SZTUCZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Tworzywa poliamidowe	6336-01/03
	Tarnamid T	Zamiast BN-71/6336-01 ¹⁾
	Badania ogólne i fizykochemiczne	Grupa katalogowa 1027

1. WSTĘP

Przedmiotem arkusza normy są następujące metody badań:

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego,
- sprawdzanie barwy,
- oznaczanie lepkości względnej roztworu,
- oznaczanie zawartości związków małowcząsteczkowych,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie zawartości popiołu.

2. BADANIA

2.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego na zgodność Tarnamidu T z wymaganiami ogólnymi wg BN-80/6336-01/02 oraz wymaganiami ogólnymi wg poszczególnych arkuszy przedmiotowych należy przeprowadzić w sposób wizualny na średniej próbce laboratoryjnej pobranej wg BN-80/6336-01/02 p. 6 w ilości 0,4 kg.

Sprawdzanie wykonać nieuzbrojonym okiem w dobrze oświetlonym pomieszczeniu.

2.2. Sprawdzanie barwy należy przeprowadzić na kształtce wykonanej z badanego Tarnamidu metodą wtrysku w postaci krążka o średnicy 50 mm i grubości 3 mm. Barwę kształtki porównać w sposób wizualny w pomieszczeniu dobrze oświetlonym z barwą kształtki wzorcowej uzgodnionej między producentem a odbiorcą.

2.3. Oznaczanie lepkości względnej roztworu

2.3.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do oznaczania lepkości względnej Tarnamidów T dających trwałe roztwory w stężonym kwasie siarkowym stosowanym jako rozpuszczalnik.

2.3.2. Zasada oznaczania polega na pomiarze czasu przepływu jednakowych objętości kwasu siarkowego i roztworu Tarnamidu T o stężeniu 0,01 g/cm³ w lepkościomierzu kapilarnym w temperaturze 25 ± 0,1°C.

2.3.3. Aparatura i przyrządy

- Kolba pomiarowa ze szlifem z korkiem szklanym lub polietylenowym pojemności 100 cm³.
- Lejek z filtrem ze spiekanego szkła G2.
- Lepkościomierz kapilarny typu Ubbelohde'a model II o czasie przepływu rozpuszczalnika 100 ÷ 120 s lub inny typ kapilarnego lepkościomierza dający te same wyniki oznaczania.
- Sekundomierz z dokładnością odczytu 0,1 s lub 0,2 s.

e) Termometr kontrolny z podziałką co 0,1°C.

f) Termostat wodny umożliwiający utrzymanie stałej temperatury 25 ± 0,1°C oraz swobodne obserwowanie umieszczonego w nim lepkościomierza.

g) Wstrząsarka mechaniczna.

2.3.4. Odczynniki i roztwory

a) Aceton cz.d.a. lub cz.

b) Boraks cz.d.a. roztwór o $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

c) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

d) Kwas siarkowy stężony cz. 95,6 ± 0,1-procentowy. Dopuszcza się stosowanie kwasu siarkowego o stężeniu 94 ÷ 98-procentowym, z tym że przy obliczaniu wyników należy uwzględnić odpowiednią poprawkę. Dla różnicy w stężeniu 0,3% poprawka wynosi 0,01 wartości lepkości względnej. Poprawkę tę należy odjąć od końcowego wyniku w przypadku użycia kwasu siarkowego o stężeniu powyżej 95,6% lub dodać w przypadku kwasu siarkowego o stężeniu poniżej 95,6%.

e) Mieszanina chromowa.

f) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

2.3.5. Oznaczanie stężenia kwasu siarkowego. W szklanej ampulce odważyć 0,35 ÷ 0,45 g kwasu siarkowego i umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, zawierającej około 30 cm³ wody. Ampulkę rozbić precyzyjnie szklanym i słucać precyzyjnie małą ilością wody. Dodać do roztworu 2 krople oranżu metylowego i miareczkować z biurety roztworem boraksu do osiągnięcia barwy roztworu porównawczego.

Roztwór porównawczy przygotować przez dodanie do 70 cm³ roztworu chlorku sodowego dwóch kropli oranżu metylowego i jednej kropli roztworu boraksu.

¹⁾ W zakresie p. 5.4.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
dnia 25 sierpnia 1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1980 poz. 68)

Stężenie kwasu siarkowego (C) obliczyć w procentach wg wzoru

$$C = \frac{V \cdot 0,009808 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu boraksu o

$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0,2000 \text{ mol/l}$

zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,009808 — ilość kwasu siarkowego odpowiadająca 1 cm^3 roztworu boraksu

o $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) =$

$= 0,2000 \text{ mol/l}$, g,

m — odważka kwasu siarkowego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,1%.

W przypadku uzyskania stężenia kwasu siarkowego wyższego lub niższego od ustalonej tolerancji, należy odpowiednio rozcieńczyć wodą lub podwyższyć jego stężenie przez dodatek kwasu bardziej stężonego.

Po ponownym oznaczaniu zawartości kwasu siarkowego należy przelać go do butli ze szlifowanym korkiem. Kwas pobierać z butli za pomocą szklanego lewara zabezpieczonego rurką z bezwodnym chlorkiem wapnia.

Stężenie kwasu siarkowego należy sprawdzać co 2 tygodnie.

2.3.6. Przygotowanie próbki Tarnamidu T. W przypadku gdy badany Tarnamid zawiera wodę w ilości powyżej 0,5%, przed oznaczaniem lepkości próbkę należy wysuszyć w temperaturze 105°C przez 12 h.

2.3.7. Przygotowanie roztworu badanej próbki. W naczynku wagowym odważyć 1 g Tarnamidu z dokładnością do 0,0002 g i przenieść ilościowo do suchej kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 . Kolbę napełnić do połowy kwasem siarkowym przygotowanym wg 2.3.5 i odstawić na 4 h. Po upływie tego czasu kolbę umieścić we wstrząsarce i mieszać aż do całkowitego rozpuszczenia próbki. Po rozpuszczeniu dopełnić kolbę kwasem siarkowym o temperaturze 20°C do kreski i dobrze wymieszać.

2.3.8. Przygotowanie lepkościomierza. Przed pierwszym użyciem, w przypadku otrzymania wyników niepowtarzalnych oraz po zakończeniu badania, należy lepkościomierz przemyć mieszaniną chromową, przepłukać dobrze wodą destylowaną, następnie acetonem i wysuszyć w suszarce lub w strumieniu powietrza wolnego od pyłu. Między poszczególnymi oznaczeniami danego rodzaju Tarnamidu T należy lepkościomierz przemywać kilkoma porcjami kwasu siarkowego, a następnie wodą destylowaną i acetonem, po czym wysuszyć w wyżej podany sposób.

2.3.9. Wykonanie oznaczania. Kwas siarkowy przygotowany wg 2.3.5 przesączyć przez lejek ze spiekanego szkła wprost do rurki suchego lepkościomierza, odrzucając pierwsze porcje przesączu. Poziom cieczy w lepkościomierzu powinien znajdować się między dwoma kreskami dolnego zbiornika. Lepkościomierz zanurzyć w

termostacie w położeniu pionowym w ten sposób, aby jego górna kreska pomiarowa znajdowała się co najmniej 20 mm poniżej poziomu cieczy w termostacie, a jego koniec znajdował się 20 mm od dna termostatu. Temperatura cieczy w termostacie powinna wynosić $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Po upływie 20 min od chwili umieszczenia lepkościomierza w termostacie wykonać pomiar, mierząc czas przepływu kwasu siarkowego między górną a dolną kreską pomiarową lepkościomierza.

Analogicznie przy użyciu tego samego wysuszonego lepkościomierza wykonać pomiar czasu przepływu roztworu badanej próbki przygotowanego wg 2.3.7. W przypadku gdy próbka Tarnamidu T zawiera dodatki nierozpuszczające się w kwasie siarkowym, należy je oddzielić przez odsączenie lub gdy osadzają się one na dnie kolby — przez zdekantowanie roztworu.

Oznaczając czas przepływu równoległej próbki, lepkościomierz należy przepłukać co najmniej 3-krotnie badanym roztworem.

Do pomiarów przepływu roztworu próbki dopuszcza się użycie lepkościomierza bez suszenia, bezpośrednio po wylaniu z niego kwasu siarkowego, ale wówczas należy przepłukać lepkościomierz co najmniej 5-krotnie badanym roztworem.

Czas przepływu obliczyć z dokładnością do 0,1 s jako średnią:

— dla kwasu siarkowego co najmniej z 3 przepływów nie różniących się między sobą o więcej niż 0,1 s,

— dla roztworu badanej próbki z co najmniej 2 przepływów nie różniących się między sobą o więcej niż 0,4 s.

Lepkość względną Tarnamidu T (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{t}{t_1} \quad (2)$$

w którym:

t — czas przepływu badanego roztworu, s,

t_1 — czas przepływu kwasu siarkowego, s.

2.3.10. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica wynosi nie więcej niż $\pm 0,02$ wartości bezwzględnej.

2.4. Oznaczanie zawartości związków małowcząsteczkowych

2.4.1. Zasada oznaczania polega na wyekstrahowaniu gorącą wodą związków małowcząsteczkowych z badanej próbki i oznaczaniu zawartości wyekstrahowanych substancji w wodzie przy użyciu interferometru.

2.4.2. Aparatura

a) Kolba pojemności 250 cm^3 połączona szlifem z chłodnicą zwrotną.

b) Interferometr uniwersalny Zeissa dla cieczy i gazów.

2.4.3. Odczynniki. Kaprolaktam — wg BN-77/6026-04 gatunek I.

2.4.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Przygotować roztwór podstawowy zawierający 10 g kaprolaktamu w 1000 cm^3 wody destylowanej.

Do kolb pomiarowych pojemności 500 cm^3 odmierzyc z biurety roztwór podstawowy w ilościach podanych w tablicy i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

Objętość roztworu podstawowego, cm ³	7,0	14,0	17,5	21,0	24,5	28,0	31,5	35,0
Zawartość kaprolaktamu w 100 cm ³ roztworu wzorcowego, g	0,014	0,028	0,035	0,042	0,049	0,056	0,063	0,070

Dla otrzymanych kolejnych roztworów wzorcowych wykonać odczyt na skali interferometru w temperaturze 20°C, postępując jak podano w 2.4.5.

Wykreślić krzywą zależności odczytu na skali interferometru od stężenia kaprolaktamu zawartego w 100 cm³ roztworu wzorcowego.

2.4.5. Wykonanie oznaczania. W suchej kolbie pojemności 250 cm³ umieścić 3,5 g Tarnamidu odważonego z dokładnością do 0,002 g, dodać pipetą 100 cm³ wody destylowanej i gotować przez 1 h pod chłodnicą zwrotną. Podczas gotowania należy skłócić dwa razy zawartość kolby, zwracając uwagę na szczelność aparatu i dobre chłodzenie.

Po ostudzeniu kolby do temperatury 20 ÷ 30°C należy płynem z kolby przepłukać chłodnicę, a następnie roztwór przesączyć przez szklany sączek G2 do kolby stożkowej zamykanej korkiem. Łaźnię interferometru napełnić wodą destylowaną i umieścić w niej termometr. Temperatura pomiaru powinna wynosić 20 ± 2°C. Obie kuwety napełnić wodą destylowaną, wstawić do łaźni i odczekać 8 min w celu wyrównania temperatury między łaźnią a kuwetami. Wyrównać położenie prążków w okularze i odczytać wartość na skali interferometru dla wody destylowanej, notując wynik jako wartość ślepej próby.

Prawą kuwetę, patrząc od przodu, wyjąć z łaźni, opróżnić z wody, napełnić przesączonym ekstraktem i ponownie wstawić do łaźni. Odczekać 8 min w celu wyrównania temperatury między kuwetami, wyrównać położenie prążków w okularze i odczytać wartość na skali interferometru. Od odczytanej wartości odjąć wartość ślepej próby, a następnie dla uzyskanego wyniku odczytać z wykresu zawartość kaprolaktamu w 100 cm³ badanego ekstraktu.

Zawartość związków małocząsteczkowych w Tarnamidzie, (X_2), obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{K_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

K_1 — odczytana z wykresu zawartość kaprolaktamu w 100 cm³ badanego ekstraktu, g,
 m — odważka badanej próbki, g.

2.4.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica wynosi nie więcej niż 0,1% wartości bezwzględnej.

2.5. Oznaczanie zawartości wody. W wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g naczynku wagowym odważyć 5 g badanej próbki z tą samą dokładnością. Suszyć w temperaturze 120°C przez 6 h.

Zawartość wody (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

m — odważka badanej próbki, g,
 m_1 — masa próbki po wysuszeniu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

2.6. Oznaczanie zawartości popiołu. Odważyć 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,01 g, podzielić na kilka porcji po 0,5 ÷ 1 g i kolejno spalać w tym samym tyglu porcelanowym, wyprażonym uprzednio w temperaturze 800°C i zważonym z dokładnością do 0,0002 g. Spalanie należy przeprowadzać nad palnikiem gazowym, początkowo nad małym płomieniem w celu uniknięcia strat, jakie mogą wystąpić na skutek burzliwego przebiegu spalania. Pod koniec spalania każdej porcji płomień palnika zwiększyć, a następnie zmniejszać przed dodaniem dalszych porcji próbki. Tygiel ze spaloną próbką Tarnamidu wyprażyć w piecu w temperaturze 800°C w ciągu 1 h.

Zawartość popiołu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

m_1 — masa pozostałości po wyprażeniu, g,
 m — odważka badanej próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica wynosi nie więcej niż 10% wyniku mniejszego.

2.7. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego, Tarnów.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6336-01

- a) wprowadzono opis sprawdzania wyglądu zewnętrznego i barwy,
- b) uściślono metodę oznaczania lepkości względnej roztworu,
- c) wprowadzono metodę oznaczania zawartości popiołu.

3. Normy związane

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

BN-77/6026-04 Kaprolaktam

BN-80/6336-01/02 Tworzywa poliamidowe. Tarnamid T. Wymagania ogólne, program badań i ocena partii

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

NRD TGL 20'055/1 — 70 Plaste. Polyamid (PA). Formmassen. Prüfung
ISO DP 1628 Plastics. Directives for standardization of methods
for the determination of the dilute solution viscosity of polymers
ISO DP 1874 Plastics. Polyamide homopolymers for moulding and
extrusion. Part II. Determination of properties
ISO DP 6476 Determination (of ash content) of polyamides

5. Autor projektu normy — mgr inż. Krystyna Szymczak — Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego, Tarnów.

6. Wydanie 3 — stan aktualny: grudzień 1987 — w p. 2.3.4b) i 2.3.5 (wzór 1) uaktualniono zapis stężenia roztworów.