

PRZEMYSŁ PAPIERNICZY	NORMA BRANZOWA	BN-67
	Produkty uboczne przemysłu papierniczego Surowe mydło posiarczanowe	7313-03
		Zamiast RN-58/MLiPD-31035
		Grupa katalogowa IX 55

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest surowe mydło posiarczanowe, otrzymywane jako produkt uboczny przy produkcji masy celulozowej siarczanowej.

1.2. Zastosowanie przedmiotu normy. Surowe mydło posiarczanowe jest używane jako surowiec do otrzymywania oleju talowego.

1.3. Określenia

Surowe mydło posiarczanowe - sole sodowe kwasów żywicznych i tłuszczowych oraz substancje towarzyszące, wydzielające się na powierzchni ługów posiarczanowych.

Zawartość oleju talowego - ilość substancji otrzymanych po zakwaszeniu próbki mydła kwasem siarkowym i rozpuszczonych w eterze etylowym.

Zawartość ligniny wytrąconej kwasem siarkowym - ilość związków organicznych, głównie alkaliligniny, które wytrącają się po zakwaszeniu próbki mydła kwasem mineralnym i trudno rozpuszczają się w eterze etylowym.

1.4. Oznaczenie

SUROWE MYDŁO POSIARCZANOWE BN-67/7313-03

1.5. 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/C-60009 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów półciekłych, mazistych i ciastowatych

PN-60/C-80014 Odczynniki. Kwas siarkowy

PN/C-80264 Odczynniki. Siarczan sodowy bezwodny

PN-58/C-80569 Wskaźniki. Oranż metylowy

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

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
Zawartość wody, %, nie więcej niż	40
Całkowita zawartość oleju talowego, %, nie mniej niż	45
Zawartość ligniny wytrąconej kwasem siarkowym, %, nie więcej niż	5

Instytut Celulozowo-Papierniczy

Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Celulozowo-Papierniczego

w porozumieniu z Instytutem Celulozowo-Papierniczym dnia 27 maja 1967 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1968 r. (Mon. Pol. nr póź.)

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Surowe mydło posiarczanowe należy pakować w cysterny albo beczki stalowe lub drewniane.

3.2. Przechowywanie. Surowe mydło posiarczanowe powinno być przechowywane w pojemnikach zamkniętych.

3.3. Transport. Surowe mydło posiarczanowe może być przewożone za pomocą dowolnego środka transportu.

4. BADANIA

4.1. Wielkość partii. Za partię uważa się każdorazową i jednorazową dostawę surowego mydła posiarczanowego w ilości nie przekraczającej 30 t produktu.

4.2. Pobieranie próbek

4.2.1. Wytyczne ogólne - wg PN/C-04505, PN/C-04507 oraz PN/C-60009.

4.2.2. Sposób pobierania próbek. Z każdej partii należy pobrać w sposób losowy odpowiednią liczbę opakowań wg PN/N-03010. Zależność między liczbą opakowań jednostkowych w partii a wymaganą liczebnością próbki podano w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań, którą należy pobrać do badań
do 5	2
6÷10	3
11÷30	5

Z każdego wylosowanego opakowania należy zgłębnikiem pobrać na ślepo z różnych poziomów opakowania próbki pierwotne o objętości co najmniej po 100 ml.

Wszystkie pobrane próbki pierwotne stanowią próbkę ogólną, którą należy wymieszać i podzielić na cztery równe części. Dwie części próbki ogólnej wylosowanej na ślepo stanowią średnią próbkę laboratoryjną. Każdą wylosowaną średnią próbkę laboratoryjną umieścić w szklanym słoju z doszlifowanym korkiem. Słoje szczelnie zakorkować i zalać parafiną. Na słojach należy umieścić nalepki z napisem zawierającym nazwę wytwórni, nazwę produktu, numer partii i jej masę netto oraz miejsce pobrania próbek. Jeden słoje należy przeznaczyć do wykonania analizy, drugi przechować w chłodnym i ciemnym pomieszczeniu dla celów rozjemczych. Analiza rozjemcza powinna być wykonana w ciągu 21 dni od daty pobrania próbki.

4.3. Rodzaje i wykonanie badań

4.3.1. Metoda oznaczania zawartości wody

4.3.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie zawartości wody przeprowadza się metodą ksylenową. Polega ona na wymieszaniu odważonej próbki mydła z ksylenem i oddestylowaniu w specjalnym aparacie składników lotnych.

4.3.1.2. Przyrządy

- Aparat do oznaczania zawartości wody metodą ksylenową.
- Łażnia piaskowa lub kuchenka elektryczna.

4.3.1.3. Odczynniki. Ksylene nasycony wodą: 200 ml ksylenu cz.d.a. wytrząsnąć ze 100 ml wody destylowanej, po czym z dwóch utworzonych warstw odrzucić warstwę wodną.

4.3.1.4. Pobieranie i przygotowanie próbek laboratoryjnych. Próbkę należy pobrać wg 4.2. Masa próbki powinna wynosić około 15 g.

4.3.1.5. Wykonanie oznaczania. Do uprzednio wysuszonej i zważonej kolby z dnem płaskim, przeznaczonej do destylacji z ksylenem, o pojemności 500 ml odważyć około 15 g surowego mydła posiarczanowego z dokładnością do 0,01 g. Następnie należy dodać 200 ml ksylenu nasyconego wodą i dobrze wymieszać. W celu osiągnięcia równomiernego wrzenia należy wrzucić do kolby parę kawałków porcelany. Kolbę szczelnie zamknąć odbieralnikiem połączonym z chłodnicą zwrotną. Kolbę aparatu do destylacji ksylenu umieścić na łaźni piaskowej lub na kuchence elektrycznej z regulacją temperatury.

Chłodnica i rurka pomiarowa powinny być uprzednio starannie przemyte mieszaniną chromową, a następnie czystym alkoholem metylowym w celu uniknięcia przylegania wody do szkła.

Początkowo ogrzewanie powinno być powolne, dopiero po przedestylowaniu około 30 ml ksylenu zwiększyć intensywność ogrzewania tak, aby z chłodnicy ściekało 3 ÷ 5 kropli na sekundę. Kolbę w czasie destylacji należy okryć płaszczem z papieru azbestowego, aby zapobiec skraplaniu się wody na szyjce. Wodę chłodzącą należy wolno przepuszczać, ponieważ na zimnej powierzchni chłodnicy może skraplać się wilgoć z powietrza.

Oznaczanie jest ukończone, jeżeli po upływie co najmniej 15 min wrzenia ciecży objętość skroplonej wody nie zwiększa się. Aparat pozostawić do ostygnięcia i odczytać objętość skroplonej wody w temperaturze podanej na skali aparatu.

Jeżeli ksylen nad wodą jest mętny, wówczas należy rurkę zanurzyć w ciekłej wodzie, aż stanie się zupełnie klarowny.

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

4.3.1.7. Obliczanie wyników. Zawartość wody (W) obliczyć w procentach wg wzoru

$$W = \frac{a}{g} \cdot 100$$

w którym:

a - objętość uzyskanej wody, ml,

g - masa próbki surowego mydła posiarczanowego, g.

4.3.1.8. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 1%.

4.3.1.9. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, obliczonych wg 4.3.1.7, zgodnych z 4.3.1.8, i podać z dokładnością do 0,5%.

4.3.2. Metoda oznaczania całkowitej zawartości oleju talowego

4.3.2.1. Zasada oznaczania. Zawartość oleju talowego oznacza się przez zakwaszenie próbki mydeł kwasem siarkowym, ekstrakcją eterem etylowym oraz oznaczenie grawimetryczne pozostałości po odpędzeniu eteru.

4.3.2.2. Przyrządy

- a) Naczynko wagowe pojemności 30 ml.
- b) Rozdzielacz pojemności 250 ml.
- c) Lejek szklany.
- d) Aparat Soxhleta.
- e) Suszarka.
- f) Kuchenka elektryczna.

4.3.2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz., roztwór 1+4 wg PN-60/C-80014.
- b) Eter etylowy cz.
- c) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Siarczan sodowy bezwodny świeżo wyprażony, wg PN/C-80264.

e) Oranż metylowy roztwór 0,1-procentowy, wg PN-58/C-80569.

4.3.2.4. Pobieranie i przygotowanie próbek - wg 4.2.

4.3.2.5. Wykonanie oznaczania. Około 5 g surowego mydła posiarczanowego odważyć w naczynku wagowym z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do zlewki, używając do tego celu około 100 ml wody destylowanej. Następnie ogrzewać zawartość zlewki na łaźni wodnej aż do całkowitego rozpuszczenia mydła, przelać roztwór do rozdzielacza pojemności 250 ml i zakwasić roztworem kwasu siarkowego (1+4), używając jako wskaźnika oranżu metylowego. Po ostygnięciu ekstrahować wydzieloną warstwę oleistą trzykrotnie eterem etylowym użytym w porcjach po 40 ml. Połączone wyciągi eterowe przemywać roztworem chlorku sodowego aż do uzyskania obojętnego odczynu tychże roztworów wobec oranżu metylowego.

Roztwory chlorku sodowego po przemywaniu ekstraktu eterowego należy zebrać w rozdzielaczu, wyklócić z 40 ml eteru etylowego i dołączyć wyciąg do poprzedniego. Wyciąg eterowy przesączyć przez suchy sącdek napełniony do połowy siarczanem sodowym do uprzednio zważonej kolby aparatu Soxhleta pojemności 250 ml. Sącdek i rozdzielacz wypłukać eterem etylowym, popłuczki dołączyć do uprzednio uzyskanego przesącza eterowego. Kolbę z wyciągiem eterowym zamknąć odbieralnikiem aparatu Soxhleta i oddestylować prawie całą zawartość eteru.

Następnie kolbę umieścić w suszarce w temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Po upływie 5 godz kolbę wyjąć z suszarki, ostudzić w ekcykatorze i zważyć. Ponownie wstawić do suszarki na okres 30 min, ostudzić i zważyć. Czynności suszenia i studzenia powtarzać aż do uzyskania stałej masy. Różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie powinna przekraczać 0,003 g.

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

4.3.2.7. Obliczanie wyników. Całkowitą zawartość oleju talowego w surowym mydle posiarczanowym (S) obliczyć w procentach wg wzoru

$$S = \frac{a}{g} \cdot 100$$

w którym:

a - masa wyciągu eterowego po wysuszeniu, g,

g - masa surowego mydła posiarczanowego, g.

4.3.2.8. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 1%.

4.3.2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych wg 4.3.2.7, zgodnych z 4.3.2.8, i podać z dokładnością do 0,5%.

4.3.3. Oznaczanie zawartości ligniny wytrąconej

4.3.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie zawartości ligniny wytrąconej kwasem siarkowym polega na zakwaszeniu próbki surowego mydła posiarczanowego rozpuszczonego w wodzie, ekstrakcji eterem etylowym i wysuszeniu odsączonej pozostałości w temperaturze $103 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

4.3.3.2. Przyrządy

a) Naczynko wagowe pojemności 250 ml.

b) Rozdzielacz pojemności 250 ml.

c) Tygiel Schotta 1G3.

4.3.3.3. Odczynniki

a) Kwas siarkowy cz., roztwór 1+4 wg PN-60/C-80014.

b) Eter etylowy cz.

c) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy, wg PN-58/C-80569.

4.3.3.4. Pobieranie i przygotowanie próbek - wg 4.2.

4.3.3.5. Wykonanie oznaczania. Około 10 g surowego mydła posiarczanowego odważyć w naczyniu wagowym z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do rozdzielacza używając do tego celu około 100 ml ciekłej wody destylowanej i zakwasić roztworem kwasu siarkowego używając jako wskaźnika oranżu metylowego. Mydło powinno być przed dodaniem kwasu siarkowego całkowicie rozpuszczone w wodzie. Zakwaszoną mieszaninę ekstrahować 40 ml eteru etylowego. Po odstaniu warstwę wodną razem z osadem przelać do drugiego rozdzielacza i jeszcze raz ekstrahować eterem etylowym. Pozostały osad odsączyć na wysuszonym tyglu Schotta, przepłukać czterokrotnie eterem etylowym, następnie kilkakrotnie gorącą wodą i suszyć w suszarce w temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ do stałej masy. Różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie powinna przekraczać 0,003 g.

4.3.3.6. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej 2 równoległe oznaczenia.

4.3.3.7. Obliczanie wyniku. Zawartość ligniny wytrąconej kwasem siarkowym (L) obliczyć w procentach wg wzoru

$$L = \frac{a}{g} \cdot 100$$

w którym:

a - masa osadu po wysuszeniu, g,

g - masa surowego mydła posiarczanowego, g.

4.3.3.8. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,1%.

4.3.3.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, obliczonych wg 4.3.3.7, zgodnych z 4.3.3.8 i podać z dokładnością do 0,01%.

4.4. Ocena partii surowego mydła posiarczanowego. Partię mydła należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania wymienione w tabl. 1 dadzą wyniki dodatnie.

Partię mydła należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy, jeżeli chociażby jedno z badań wymienionych w tabl. 1 da wynik ujemny.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-67/7313-03

1. Istotne zmiany w stosunku do RN-58/MLiPD-31035

a) zmieniono układ normy,

b) z wymagań technicznych usunięto oznaczanie liczby zmydlenia, oznaczanie wartości pH oraz oznaczanie zawartości popiołu,

c) do wymagań technicznych wprowadzono oznaczanie zawartości ligniny wytrąconej kwasem siarkowym.

2. Odpowiedniki w normach zagranicznych

USA TAPPI - T 635 m-54 Analysis of Tael Oil Skimmings