

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa Melaform WM-100	6061-03
		Zamiast BN-63/6061-03
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest środek pomocniczy dla przemysłu włókienniczego o nazwie Melaform WM-100, otrzymywany przez kondensację melaminy z aldehydem mrówkowym i modyfikację alkoholem metylowym.

1.2. Zastosowanie. Melaform WM-100 stosuje się do przeciwmnącego i przeciwskurczliwego wykończenia tkanin z włókien celulozowych.

1.3. Oznaczenie

MELAFORM WM-100 BN-67/6061-03

1.4. Normy związane

PN-53/C-04004 Przetwory naftowe. Gęstość (masa właściwa). Oznaczanie areometrem

PN-55/C-04005 Przetwory naftowe. Gęstość (masa właściwa). Oznaczanie piknometrem

PN/C-04014 Przetwory naftowe. Lepkość. Pomiar metodą Englera

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-61/M-79104 Opakowania metalowe. Beczki z dnami stałymi

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

PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Melaform WM-100 powinien być cieczą o konsystencji rzadkiego syropu o zabarwieniu zielonkavo-żół-

tym, bez widocznych zanieczyszczeń mechanicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) Rozpuszczalność w wodzie destylowanej w temperaturze 25°C	całkowita wg 4.2
b) Gęstość ρ_4^{20} , g/ml, co najmniej	1,1
c) Lepkość przy 20°C, °E, co najmniej	2
d) pH 10-procentowego roztworu wodnego	8-9
e) Trwałość wobec katalizatora, godz, co najmniej	8
f) Zawartość wolnego aldehydu mrówkowego, %, nie więcej	1,5
g) Zawartość suchej masy, %, co najmniej ¹⁾	46

¹⁾ Wykonuje się na żądanie odbiorcy.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 15 stycznia 1967 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1967 r.
(Mon. Pol. nr 17/1967 poz. 89)

2.3. Trwałość. Melaform WM-100 przechowywany wg 3.2 w opakowaniu wg 3.1 powinien

odpowiadać wymaganiom wymienionym w 2.1 i 2.2 w ciągu co najmniej 3 miesięcy od daty produkcji.

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Melaform WM-100 należy dostarczać w cysternach kwasoodpornych, beczkach metalowych wg PN-61/M-79104 lub kanistrach z polietylenu, a na żądanie odbiorcy również w balonach szklanych o pojemności do 60 l. Balony powinny być umieszczone w koszach wiklinowych wyściełanych materiałem ochronnym, uszczelnione korkami ze sztucznego tworzywa. Na opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 1.3,

- c) masę brutto i netto,
- d) datę produkcji,
- e) znak KT,
- f) napis ostrzegawczy wg PN-60/N-79002 p. 2.3.11.

3.2. Przechowywanie. Melaform WM-100 należy przechowywać w pomieszczeniach, w których temperatura wynosi -10 do $+25^{\circ}\text{C}$.

3.3. Transport. Melaform WM-100 należy przewozić w wagonach krytych, samochodach krytych lub cysternach kwasoodpornych, w temperaturze -10 do $+25^{\circ}\text{C}$.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Należy stosować zasady PN/C-04507. Z każdej partii produktu w balonach szklanych, beczkach me-

talowych i kanistrach z polietylenu należy wybrać losowo zgodnie z PN/N-03010 p. 2.2 następujące liczby opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15

Przy odbiorze Melaformu WM-100 w cysternach, każda cysterna stanowi oddzielną partię. Próbkę pierwotną pobierać zgodnie z PN/C-04505. Z każdej cysterny pobierać po 2000 ml, a z opakowań reprezentujących partię po 250 ml produktu za pomocą zgłębnika lub rurki szklanej zastępującej zgłębnik.

Wielkość średniej próbki powinna wynosić 500 ml. Próbkę rozjemczą przechowywać przez miesiąc. Wybór laboratorium rozjemczego uzgadniają między sobą dostawca i odbiorca.

4.2. Rozpuszczalność w wodzie. Odważyć 20 g badanej próbki z dokładnością do 0,1 g w zlewce pojemności 200 ml, a następnie dodać 100 ml wody destylowanej o temperaturze 25°C . Po 2-, 3-minutowym mieszaniu roztwór powinien być klarowny.

4.3. Oznaczanie gęstości należy wykonać w temperaturze 20°C za pomocą areometru wg PN-53/C-04004, a w przypadku analiz rozjemczych piknometrem wg PN-53/C-04005.

4.4. Oznaczanie lepkości należy wykonać w temperaturze 20°C wg PN/C-04014.

4.5. Oznaczanie pH 10-procentowego roztworu wodnego należy wykonać za pomocą pH-metru w temperaturze $20 \div 25^{\circ}\text{C}$ w układzie elektrod szklanej i kalomelowej.

4.6. Oznaczanie trwałości wobec katalizatora

4.6.1. Metody i zakres stosowania. Trwałość wobec katalizatora należy oznaczać za pomocą lejka wg 4.6.2, w przypadku analiz rozjemczych za pomocą spektrofotometru Pulfricha wg 4.6.3.

4.6.2. Oznaczanie za pomocą lejka4.6.2.1. Odczynniki

a) Kwas mrówkowy ch.cz. 10-procentowy roztwór wodny.

b) Azotan cynkowy ch.cz. roztwór wodny, $e_{4}^{20} = 1,4$.

4.6.2.2. Przyrządy

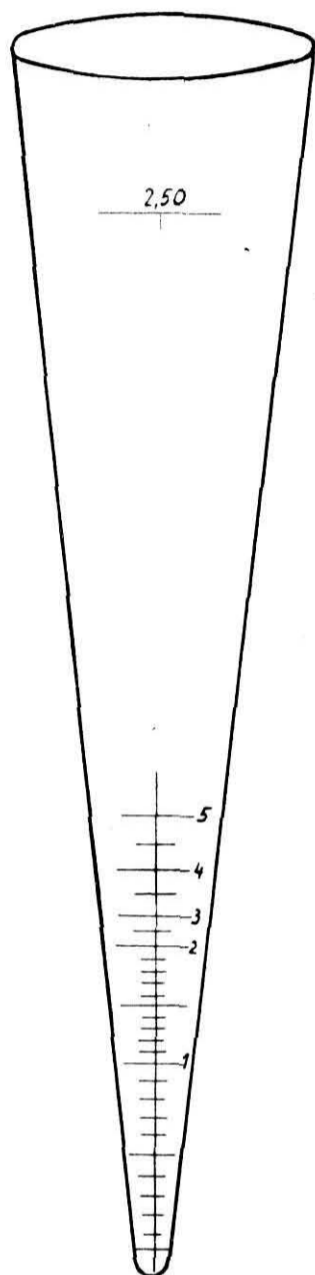
Lejek do oznaczania osadu, wg rysunku, o pojemności 250 ml wycechowany jest następująco:

od 0 do 2 ml - co 0,1 ml

od 2 do 5 ml - co 0,5 ml.

4.6.2.3. Wykonanie oznaczania.

Do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć 125 ml wody destylowanej o temperaturze 40°C , po czym dodać 35 g badanej próbki odważonej z dokładnością do 0,1 g. Po rozpuszczeniu doprowadzić roztwór do temperatury 25°C , zobojętnić kwasem mrówkowym do pH 6,3, a następnie dodać 3,5 ml roztworu azotanu cynkowego. Roztwór wlać do lejka do oznaczania osadów i dopełnić wodą do 250 ml. Lejek z roztworem pozostawić w temperaturze $20 \div 25^{\circ}\text{C}$ na 8 godz. Po upływie tego czasu odczytać objętość powstałego osadu, którego ilość może wynosić najwyżej 0,25 ml.

4.6.3. Oznaczanie za pomocą spektrofotometru Pulfricha

4.6.3.1. Zasada oznaczania polega na porównaniu za pomocą spektrofotometru Pulfricha zmętnienia badanej próbki po 8 godz przechowywania w temperaturze $20 \div 25^{\circ}\text{C}$ z wodnymi roztworami wzorcowymi chlorku sodowego o znanym stężeniu.

4.6.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas mrówkowy cz.d.a., roztwór wodny 10-procentowy.

b) Azotan cynkowy cz.d.a., roztwór wodny $e_{4}^{20} = 1,4$.

c) Azotan srebrowy cz.d.a., roztwór wodny 10-procentowy.

d) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór $e_{4}^{20} = 1,1$.

e) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór. Chlorek sodowy cz.d.a. wyprażyć w tyglu platynowym w temperaturze ciemnoczerwonego żaru w ciągu $10 \div 15$ min. 0,1650 g wyprażonego produktu umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.

1 ml roztworu zawiera 0,1 mg Cl.

4.6.3.3. Przyrządy i aparaty

a) Spektrofotometr z filtrem S 47.

b) Kuwety.

c) Termostat z regulacją wodną.

4.6.3.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej zależności ekstynkcji od stężenia.

Krzywą należy wyznaczyć doświadczalnie. Do 10 cylindrów pomiarowych pojemności po 100 ml odmierzyć kolejno 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 ml roztworu chlorku sodowego. Do wszystkich cylindrów odmierzyć po 40 ml wody destylowanej, 2 ml kwasu azotowego, 5 ml roztworu azotanu srebrowego. Następnie uzupełnić wodą destylowaną do kreski, zmieszać, wstawić cylindry pomiarowe do termostatu o temperaturze $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$ na $15 \div 20$ min, często mieszając.

Wykonać pomiar ekstynkcji każdego z roztworów za pomocą spektrofotometru, stosując filtr S 47 i używając jako wyrównania optycznego wody destylowanej.

Wyniki przedstawić za pomocą wykresu, odkładając na osi rzędnych wartości ekstynkcji, a na osi odciętych stopnie zmętnienia wg tablicy.

Ilość mililitrów roztworu chlorku sodowego	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
Zmętnienie w stopniach zmętnienia	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100

4.6.3.5. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 400 ml odważyć 14 g badanej próbki z dokładnością do 0,1 g. Dodać 50 ml wody destylowanej o temperaturze 40°C, rozpuścić próbkę, doprowadzić roztwór do temperatury 25°C i zubożyć roztworem kwasu mrówkowego do pH 6,3. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml, dodać 1,4 ml roztworu azotanu cynkowego i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

Pozostawić roztwór na 8 godz w temperaturze 20 ÷ 25°C, po czym wykonać pomiar ekstynkcji na spektrofotometrze, stosując filtr S 47.

Odczytać zmętnienie próbki Melaformu WM-100 w stopniach zmętnienia z krzywej wzorcowej.

Melaform WM-100 odpowiada wymaganiom normy, jeżeli jego zmętnienie jest równe lub mniejsze niż 80 stopni zmętnienia.

4.7. Oznaczanie zawartości wolnego aldehydu mrówkowego

4.7.1. Odczynniki i roztwory

- Fosforan dwusodowy $\text{Na}_2\text{HPO}_4 - 12 \text{H}_2\text{O}$ cz., roztwór 0,5n.
- Kwas solny cz., roztwór 0,5n.
- Siarczyn sodowy cz., roztwór 0,5n.
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 0,1n.
- Wskaźnik mieszany: 0,25 g fenoloftaleiny i 0,25 g tymoloftaleiny rozpuścić w 100 ml alkoholu etylowego.

4.7.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml odważyć 2 g melaformu z dokładnością do 0,01 g, dodać 10 ml roztworu fosforanu dwusodowego, 5 ml roztworu kwasu solnego i 5 kropli wskaźnika mieszanego.

W osobnym naczyniu przygotować mieszaninę 5 ml roztworu fosforanu dwusodowego, 5 ml roztworu siarczynu sodowego i zubożyć ją wobec wskaźnika kwasem solnym. Przygotowaną mieszaninę dodać do badanej próbki, wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia różowego zabarwienia utrzymującego się przez około 1 min. Równocześnie przygotować

próbkę porównawczą, używając tych samych ilości odczynników.

Zawartość wolnego aldehydu mrówkowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,003(V - V_1) \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próby porównawczej, ml,

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m - odważka melaformu, g,

0,003 - masa aldehydu mrówkowego, odpowiadająca 1 ml 0,1n kwasu solnego, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1%.

4.8. Oznaczanie zawartości suchej masy

4.8.1. Odczynniki. Pięciotlenek fosforu techniczny.

4.8.2. Przyrządy

- Eksykator próżniowy.
- Pompa próżniowa.

4.8.3. Wykonanie oznaczania. Naczynko wagowe umieścić w eksykatorze próżniowym z pięciotlenkiem fosforu. Włączyć próżnię 20 ÷ 40 mm słupa rtęci i suszyć naczynko do stałej masy. W naczynku odważyć 2-3 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g. Naczynko z próbką umieścić w eksykatorze, włączyć próżnię i pozostawić w temperaturze 20 ÷ 25°C na 2 godz i suszyć do stałej masy. Zawartość suchej masy (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m - masa badanej próbki przed suszeniem, g,

m_1 - masa badanej próbki po suszeniu, g.

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