

ŚRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Środki pomocnicze dla włókiennictwa Nekalina S	6069-15
		Grupa katalogowa X 95 <sup>1)</sup>

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest anionoczynny środek pomocniczy o nazwie handlowej Nekalina S, którego podstawową aktywną substancją jest sól sodowa kwasu butylo-naftalenosulfonowego.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Nekalina S jest stosowana w przemyśle włókienniczym i innych przemysłach jako środek zwilżający.

1.3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-65/C-04800 Środki powierzchniowo czynne. Oznaczanie zdolności zwilżania

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27 ust. 4 pkt 4 DKP).

2. OZNACZENIE

NEKALINA S BN-70/6069-15

SWW 1285-311

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Nekalina S powinna mieć postać pasty barwy od szarozółtej do jasnobrunatnej, bez zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Własności fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Substancji aktywnej, %, nie mniej niż	42
b) Zdolność zwilżania określona stężeniem roztworu, w którym czas tonięcia krążka bawełnianego wynosi 100 sek, g/l, nie więcej niż	3
c) Wody, %, nie więcej niż	34
d) Rozpuszczalność w wodzie wg 5.4.4	całkowita
e) pH 1-procentowego roztworu wodnego, w granicach	7 + 9

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1285-311.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Nekalinę S należy pakować w worki z polietylenu o wymiarach: 900 × 1200 mm, a następnie w bębny metalowe ocynkowane z dnem zdejmowanym wg BN-69/5046-01 o pojemności do 200 l i zawartości do 200 kg produktu.

Na każdym bębnie należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak producenta,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- wagę netto i brutto,
- numer partii i datę produkcji.

4.2. Przechowywanie. Nekalinę S należy przechowywać w pomieszczeniach lub w wyjątkowych przypadkach na otwartych składowiskach w temperaturze 0 + 30°C. Bębny należy ustawiać w jednej warstwie.

4.3. Transport. Nekalinę S można transportować dowolnymi środkami transportowymi w opakowaniach wg 4.1. Przy przewozie koleją należy ją ładować do granic wykorzystania wagonu, ustawiając bębny w jednej warstwie i zabezpieczając je przed przesuwaniem się za pomocą drewnianych listw. W przypadku transportu koleją bębny powinny być załadowane i wyładowane zgodnie z przepisami o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej - załącznik nr 10 (do art. 27 ust. 4 pkt 4 DKP).

5. BADANIA5.1. Program badań

- oznaczanie zawartości substancji aktywnej,
- oznaczanie zdolności zwilżania,
- oznaczanie zawartości wody,
- sprawdzanie rozpuszczalności w wodzie,
- sprawdzenie pH.

5.2. Wielkość partii. Partię Nekaliny S stanowi do 10 t produktu otrzymanego z danej sulfonacji.

Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg” dnia 23 listopada 1970 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1971 r.

(Mon. Pol. nr 13/1971 poz. 102)

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500.

Z każdej partii produktu należy wybrać w sposób losowy następującą liczbę opakowań jednostkowych.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, z których należy pobrać próbki do badań
do 5	wszystkie
6 + 15	6
16 + 25	9
26 + 63	12
64 + 160	14

Z każdego wylosowanego opakowania pobrać za pomocą szufelki co najmniej jedną próbkę pierwotną o masie około 100 g. Próbki pierwotne dokładnie wymieszać, a następnie sporządzić średnią próbkę laboratoryjną o masie około 500 g. Średnią próbkę laboratoryjną w celu ujednorodnienia rozetrzeć w moździerzu porcelanowym.

#### 5.4. Opis badań

##### 5.4.1. Oznaczanie zawartości substancji aktywnej

###### 5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- Bromek cetylopirydyniowy cz.d.a., roztwór 0,005n.
- Alkohol n-butylový cz.d.a.
- Siaraczan sodowy bezwodny lub uwodniony cz.d.a.
- Chloroform cz.d.a.
- Kwas siarkowy stężony cz.d.a. i roztwór 25-procentowy.
- Błękit metylenowy cz.d.a., roztwór przygotowany wg 5.4.1.3.
- Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,05n.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,05n.
- Jodek potasowy cz.d.a.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy.

**5.4.1.2. Przygotowanie mianowanego 0,005n roztworu bromku cetylopirydyniowego.** W naczyniu wagowym odważyć z dokładnością do 0,001 g około 2 + 2,2 g bromku cetylopirydyniowego, odważkę przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml. Następnie dodać 25 ml alkoholu n-butylového, po czym zawartość kolby mieszać do całkowitego rozpuszczenia bromku cetylopirydyniowego. Otrzymany roztwór uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1000 ml.

Stężenie roztworu sprawdzić po 5 dniach sezonowania w następujący sposób: do kolby stożkowej ze szlifem pojemności do 200 ml odmierzyć pipetą 25 ml otrzymanego roztworu bromku cetylopirydyniowego oraz 25 ml 0,05n roztworu dwuchromianu potasowego (wytrąca się osad).

W celu otrzymania klarownego płynu nad warstwą wytrąconego osadu kolbę ogrzać do temperatury 90°C, a następnie ostudzić w temperaturze pokojowej. Roztwór przesączyć, a osad pozostały na sączku przemyć wodą, 3 razy po 10 ml. Do przesącza dodać 1 g jodku potasowego i 10 ml 25-procentowego roztworu

kwasu siarkowego. Wydzielony jod miareczkować wobec roztworu skrobi 0,05n roztworem tiosiarczanu sodowego. W ten sam sposób postępować w ślepej próbie.

Stężenie (n) roztworu bromku cetylopirydyniowego, wyrażone jego normalnością, należy obliczyć wg wzoru

$$n = \frac{(V_2 - V_1) \cdot n_1}{3 \cdot V_3} \quad (1)$$

w którym:

- $V_1$  - objętość tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania próbki badanej, ml,
- $V_2$  - objętość tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania w próbie ślepej, ml,
- $V_3$  - objętość bromku cetylopirydyniowego użytego do oznaczania, ml,
- $n_1$  - normalność tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń.

**5.4.1.3. Przygotowanie roztworu błękitu metylenowego.** Rozpuścić 50 g bezwodnego siarczanu sodowego (lub odpowiednio większą ilość uwodnionego) w niewielkiej ilości wody, dodać 30 ml 0,1-procentowego roztworu błękitu metylenowego, 7 ml kwasu siarkowego stężonego i uzupełnić wodą do objętości 1000 ml. Tak przygotowany roztwór jest trwały i może być przechowywany przez dłuższy okres czasu.

**5.4.1.4. Wykonanie oznaczania.** Około 1 g badanej Nekali S odważyć w zlewce pojemności 50 ml z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić w niewielkiej ilości wody, otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i uzupełnić wodą do kreski. 10 ml tak przygotowanego roztworu przenieść do cylindra pomiarowego ze szlifem pojemności 100 ml, dodać 10 ml wody, 25 ml roztworu błękitu metylenowego i 20 ml chloroformu. Zawartość cylindra dokładnie wytrząsnąć, a następnie miareczkować 0,005n roztworem bromku cetylopirydyniowego tak długo, aż warstwa wodna i chloroformowa będą miały jednakowe zabarwienie. Po każdym dodaniu bromku cetylopirydyniowego zawartość cylindra dokładnie wytrząsnąć w ciągu 1 min.

Zawartość substancji aktywnej (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot n \cdot 25 \cdot 288,15}{10 \cdot m} \quad (2)$$

w którym:

- $V$  - objętość bromku cetylopirydyniowego użytego do miareczkowania, ml,
- $n$  - normalność roztworu bromku cetylopirydyniowego użytego do miareczkowania,
- 288,15 - ilość Nekali S odpowiadająca 1 ml 0,005n roztworu bromku cetylopirydyniowego, g,
- $m$  - odważka Nekali S, g.

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

5.4.2. Oznaczanie zdolności zwilżania krążka bawełnianego należy wykonać wg PN-65/C-04800 stosując roztwory Nekali S w wodzie.

5.4.3. Oznaczanie zawartości wody

5.4.3.1. Wykonanie oznaczenia. Do naczynka wagowego o wymiarach: średnica 50 mm, wysokość 30 mm, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ , odważyć  $3 \pm 4$  g badanego produktu z dokładnością do 0,0002 g. Naczynko wraz z zawartością i ze zdjętą pokrywką umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$  przez  $6 \pm 8$  godz.

Po wyjęciu naczynka z suszarki zamknąć je pokrywką i ostudzić w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym, następnie zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość wody (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

$m_1$  - masa naczynka z zawartością przed suszeniem, g,

$m_2$  - masa naczynka z zawartością po suszeniu, g,  
 $m$  - odważka Nekali S, g.

5.4.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,8%.

5.4.4. Sprawdzanie rozpuszczalności w wodzie. Przygotować roztwór wodny Nekali S w stosunku wagowym 1 : 10, w temperaturze  $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , a następnie w probówce ze szkła bezbarwnego sprawdzić jego klarowność. Roztwór powinien być klarowny.

5.4.5. Sprawdzanie pH. Przygotować 1-procentowy roztwór wodny Nekali S i oznaczyć pH za pomocą pehametru.

5.5. Ocena wyników badań. Partię Nekali S należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki przeprowadzonych badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3. W przeciwnym przypadku należy pobrać próbki z podwójnej liczby opakowań albo z wszystkich - jeżeli partia liczy do 12 opakowań - i wykonać powtórnie badania.

Jeżeli wyniki badań powtórnych są niedobre, partię należy odrzucić.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6069-15

Niniejsza norma zastępuje ZN-63/MPCH/06-73.

**Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg”**

47 **BN-70/6069-15 Środki pomocnicze dla włókiennictwa, Nekalina S**  
X 95

**zmiana 1**  
5.4.72 r.

Treść punktu 5.4.2 zmienia się następująco:

Oznaczanie zdolności zwilżania krążka bawełnianego należy wykonać wg PN-65/C-04800 stosując roztwory Nekaliny S w wodzie. Do przygotowania wodnych roztworów Nekaliny S stosować odważkę sporządzoną w przeliczeniu na suchą masę.

(Biuletyn PKNiM nr 8/72, poz. 110)