

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Sadza Metody badań Oznaczenie liczby absorpcji ftalanu dwubutyłowego	6048-02.09
		Grupa katalogowa X 19

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania liczby absorpcji ftalanu dwubutyłowego.

1.2. Rodzaje metod

- metoda ręczna,
- metoda instrumentalna.

2. METODA RĘCZNA

2.1. Zasada metody polega na określeniu ilości cm^3 ftalanu dwubutyłowego, potrzebnej do utworzenia jednorodnej pasty ze 100 g sadzy.

2.2. Przyrządy

- Mikrobiureta pojemności $1 \div 2 \text{ cm}^3$.
- Parownica porcelanowa o średnicy $8 \div 10 \text{ cm}$.
- Łopatka szklana lub aluminiowa zakończona płaskim owalem tworzącym z pałeczką kąt 135°C .

2.3. Odczynniki. Ftalan dwubutyłowy o gęstości $1,045 \div 1,050 \text{ g/cm}^3$ w temperaturze 20°C wg PN-66/C-88031 (I gatunek).

2.4. Wykonanie oznaczania. W parownicy porcelanowej odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,001 g sadzy przygotowanej wg BN-79/6048-03, wysuszonej w temperaturze $105 \pm 5^\circ\text{C}$ do stałej masy i wkraplać do niej ftalan dwubutyłowy z mikrobiurety.

Mieszaninę sadzy i ftalanu dwubutyłowego rozcierać łopatką dotąd, aż znikną na ściankach oleiste ślady ftalanu. Dodawanie ftalanu należy zakończyć w momencie, kiedy po dodaniu kolejnej kropli i dokładnym jej roztarciu całość sadzy daje się zebrać na łopatkę. Otrzymany placek nie powinien łamać się, ani pękać pod lekkim naciskiem. Czas trwania rozcierania powinien wynosić $10 \div 15 \text{ min}$.

2.5. Obliczanie wyników. Liczbę absorpcji ftalanu dwubutyłowego (X) w cm^3 na 100 g obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

V — ilość zaabsorbowanego ftalanu dwubutyłowego, cm^3 ,

m — nadważka sadzy, g.

2.6. Wynik. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych wyników których różnica nie przekracza 5% wyniku średniego

3. METODA INSTRUMENTALNA

3.1. Zasada oznaczania polega na dodawaniu z biurety automatycznej ftalanu dwubutyłowego do próbek sadzy umieszczonej w mieszalniku absorptometru. Zjawisku absorpcji ftalanu przez sadzę towarzyszy wzrost lepkości mieszaniny.

Opór, jaki w trakcie mieszania sadzy z ftalanem pokonuje mieszadło przenoszony jest na odpowiedni mechanizm różnicowy absorptometru. Jeśli lepkość mieszaniny osiągnie nastawioną przed pomiarem wielkość momentu skręcającego, to absorptometr i biureta zostaną automatycznie wyłączone.

3.2. Aparatura i przyrządy

a) Suszarka z regulacją temperatury w zakresie $10 \pm 2^\circ\text{C}$.

b) Absorptometr firmy Brabender, typ A lub B, wyposażony w biuretę automatyczną podającą odczynnik z dokładnością do $4 \pm 0,024 \text{ cm}^3/\text{min}$.

3.3. Odczynniki. Ftalan dwubutyłowy o gęstość $1,045 \div 1,050 \text{ g/cm}^3$ w temperaturze 20°C wg PN-66/C-88031.

3.4. Przygotowanie przyrządu do pomiaru

3.4.1. Sprawdzenie absorptometru typu A. Zamocować linkę stalową do nakrętki wystającej z tylnej części bębna dynamometru. Nawinąć linkę dwukrotnie dookoła bębna dynamometru w kierunku przeciwnym do ruchu wskazówek zegara. Wsunąć zaczep sprężyny dynamometru wzorcowego w wolną pętlę linki.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 21 grudnia 1979 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1980 poz. 36)

Ustawić wskazówkę wyłącznika stykowego w pozycji 5 na skali wielkości momentu skręcającego. Przełącznik "automatyczny — ręczny" ustawić w pozycji "automatyczny". Uruchomić absorptometr przyciskiem "start". Ciągnąć pionowo w górę ze stałą szybkością dynamometr wzorcowy. W chwili gdy wskazówka wielkości momentu skręcającego osiągnie zero skali i aparat wyłączy się, odczytać na skali dynamometru wzorcowego wielkość przyłożonej siły, która powinna wynosić 80 do 90 N.

Jeżeli nie uzyska się powyższego wyniku, należy sprawdzić wzajemne położenie rdzenia przenoszącego moment skręcający i pierścienia łączącego dynamometr z tym rdzeniem. W tym celu stosując odpowiedni wzorzec, należy skorygować odległość pomiędzy blokiem, na którym osadzona jest sprężyna a pierścieniem, który w razie potrzeby należy przesunąć w górę lub w dół. Następnie odwrotną stroną wzorca sprawdzić odległość pomiędzy górnymi krawędziami rdzenia i bloku sprężyny.

Właściwą odległość uzyskuje się przez odpowiednie przesunięcie rdzenia, po uprzednim rozluźnieniu pierścienia stopującego blok sprężyny i pierścienia łączącego dynamometr z rdzeniem.

3.4.2. Sprawdzenie absorptometru typu B. Umocować zaczep dynamometru na pręcie zaopatrzonym w izoelastyczną sprężynę. Ustawić wskazówkę wyłącznika stykowego w pozycji 5 na skali wielkości momentu skręcającego. Przełącznik "automatyczny — ręczny" ustawić w pozycji "automatyczny". Uruchomić absorptometr przyciskiem "start". Ciągnąć dynamometr pionowo w górę ze stałą szybkością. W chwili gdy wskazówka wielkości momentu skręcającego osiągnie zero skali i aparat wyłączy się, odczytać na skali dynamometru wielkość przyłożonej siły. Wartość wskazanej siły powinna znajdować się między $17,5 \div 25,0$ N. Jeżeli wartość wskazanej siły nie jest zgodna z podaną powyżej należy wyregulować położenie śruby znajdującej się pod spodem dynamometru.

3.4.3. Sprawdzenie biurety automatycznej. Sprawdzić stan szlifów i przewodów biurety. Napełnić biuretę i przewód dozujący ftalanem dwubutyłu i sprawdzić, czy biureta i przewody nie są zapowietrzane.

Po całkowitym napełnieniu biurety i przełączeniu kranu trójdzielnego uruchomić biuretę i odczekać do chwili, gdy z przewodu dozującego zacznie wypływać odczynnik ze stałą szybkością. Zatrzymać biuretę i ustawić licznik cyfrowy na zero. Podstawić wytarowaną zlewkę pod przewód dozujący. Włączyć jednocześnie biuretę i stoper.

Po 2 min zatrzymać biuretę i odczytać wynik na liczniku cyfrowym.

Zważyć zlewkę z ftalanem. Napełnić ponownie biuretę. Powtórzyć poprzednio wymienione czynności, odczytując wynik oznaczenia po 4 i po 8 min.

Biureta pracuje zadawalająco, jeżeli spełnione są wymagania podane w tabl. 1.

Tablica 1

Czas min	Odczyt licznika biurety	Objętość dozowanego odczynnika cm^3
2	$8,00 \pm 0,05$	$8,00 \pm 0,05$
4	$16,00 \pm 0,05$	$16,00 \pm 0,10$
8	$32,00 \pm 0,05$	$32,00 \pm 0,20$

Objętość DBP (V), która wypłynęła z biurety należy obliczyć w cm^3 wg wzoru

$$V = \frac{m}{\rho} \quad (2)$$

$^{683}_1$

m — masa ftalanu dwubutyłowego, g,

ρ — gęstość ftalanu dwubutyłowego, g/cm^3 .

3.4.4. Kalibracja absorptometru. Postępując wg 3.5 i 3.6 oznaczyć liczbę absorpcji ftalanu dwubutyłowego wzorcowych próbek sadzy, wyszczególnionych w tabl.2.

Tablica 2

Wzorcowe próbki sadzy	Absorpcja DBP $\text{cm}^3/100$ g
SRF (A-1)	$72,4 \pm 1$
HAF (B-1)	$96,6 \pm 1$
ISAF (C-1)	$122,6 \pm 1$

Dla każdego typu sadzy należy wykonać co najmniej dwie próby.

Otrzymane rezultaty można uznać za prawidłowe, jeżeli różnica między dwoma równoległymi próbami nie przekracza $1,6 \text{ cm}^3$ na 100 g.

3.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 20 g sadzy przygotowanej wg BN-79/6048-03, wysuszonej w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ z dokładnością do 0,001 g i przenieść do mieszalnika absorptometru.

Pokrętem wyłącznika stykowego ustawić wskazówkę wielkości momentu skręcającego w pozycji odpowiadającej cyfrze 2 dla sadzy Sapex-20 a na cyfrze 5 dla innych typów sadz.

Napełnić biuretę automatyczną zgodnie z instrukcją obsługi wydaną przez producenta. Ustawić licznik biurety na zero. Przełącznik sieciowy absorptometru ustawić w pozycji "załączony". Końcówkę przewodu dozującego doprowadzić nad otwór w górnej części mieszalnika. Przełącznik sterowania ustawić w położeniu "automatyczny". Włączyć przyciski "dozowanie" biurety i "start" absorptometru.

Po automatycznym zatrzymaniu biurety i absorptometru odczytać na liczniku cyfrowym ilość ftalanu dwubutyłowego. Rozmontować i oczyścić mieszalnik. Zmontować oczyszczony mieszalnik i ponownie napełnić biuretę.

3.6. Obliczanie wyników. Liczbę absorpcji ftalanu dwubutyłowego (X) w cm^3 na 100 g obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

V — ilość zużytego ftalanu dwubutyłowego, cm^3 ,

m — masa badanej próbki, g.

3.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych wyników, których różnica nie przekracza 1% wyniku średniego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Gliwickie Zakłady Chemiczne CARBOCHEM w Gliwicach.

2. Normy związane

PN-66/C-88031 Ftalan dwubutyłowy techniczny
BN-79/6048-03 Sadza. Pobieranie próbek

3. Zalecenia międzynarodowe

ISO 4656/1-1978 Determination of dibutylphthalate absorption number

RWPG PC 4267-73 Сажи активные

4. Autorzy projektu normy — mgr K. Urbańska, inż. B. Dudek, mgr inż. G. Król.