

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-80</b>
	Produkty suchej destylacji drewna <b>Produkty smołowe z drewna liściastego i iglastego</b>	<b>6076-05</b>
		Zamiast BN-67/6076-05 BN-71/6076-08
		Grupa katalogowa X 42

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są produkty smołowe otrzymywane w procesie technologicznym rozkładowej destylacji drewna liściastego i iglastego (karpiny przemysłowej).

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Produkty smołowe z drewna liściastego, w zależności od stopnia ich przetworzenia, mogą być stosowane jako lepiszcze do produkcji węgla aktywnych formowanych, jako impregnat do szczeliwa o znacznie obniżonej rozpuszczalności w wodzie, jako antypolimeryzator głównie przy produkcji syntetycznego kauczuku, jako środek do impregnacji i przy wyrobie materiałów izolacyjnych w budownictwie oraz przy produkcji brykietów z miazgi węglowej.

Smoła z drewna iglastego jest stosowana jako zmiękcacz w przemyśle gumowym oraz w produkcji lin stalowych dla przemysłu górniczego i rybackiego.

**1.3. Określenia.** Smoła z drewna liściastego i iglastego jest to smoła pozyskiwana w procesie sedymentacji w odstojnikach kondensatów rozkładowej destylacji drewna liściastego i karpiny oraz wydzielana w urządzeniach odsmalających.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Rodzaje.** W zależności od właściwości poszczególnych produktów rozróżnia się 6 rodzajów:

- smoła zwykła z drewna liściastego (surowa),
- smoła preparowana do produkcji węgla formowanych,
- impregnat do szczeliwa,
- stabilizator do syntezy kauczuku,
- pak ze smoły z drewna liściastego,
- smoła z drewna iglastego.

**2.2. Przykład oznaczenia** smoły zwykłej z drewna liściastego:

SMOŁA ZWYKŁA Z DREWNA LIŚCIASTEGO BN-80/6076-05

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych dnia 21 kwietnia 1980 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1980 poz. 50)

## 3. WYMAGANIA

Własności fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Produkty smołowe z drewna liściastego					Smoła z drewna iglastego
	smoła zwykła	smoła preparowana	impregnat do szczeliwa	stabilizator	pak ze smoły	
Postać	ciecz oleista				substancja stała o muszlowym przełomie	ciecz oleista
Barwa	ciemnobrunatna				czarna z brunatnym odcieniem i szklistym połysku	ciemnobrunatna
Gęstość względna, g/cm <sup>3</sup>	nie normalizuje się		1,03 ÷ 1,20	1,02 ÷ 1,09	nie normalizuje się	1,05 ÷ 1,10
Wody, %, nie więcej niż	12	4	12	9	nie normalizuje się	1,0
Fenoli w stosunku do bezwodnych produktów, %, nie mniej niż	nie normalizuje się		10	57	nie normalizuje się	
Paku, %	40 ÷ 60	45 ÷ 60	nie normalizuje się	najwyżej 30	nie normalizuje się	
Olejów lekkich wrzących do temperatury 220°C, %, nie więcej niż	nie normalizuje się	8	nie normalizuje się			
Kwasów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na kwas octowy, %, nie więcej niż	6	nie normalizuje się	5	nie normalizuje się		0,5
Popiołu, %, nie więcej niż	nie normalizuje się				1,0	0,5
Składników nierozpuszczalnych w acetonie, %, nie więcej niż	nie normalizuje się				15,0	nie normalizuje się
Temperatura mięknięcia, °C, nie mniejsza niż	nie normalizuje się				60,0	nie normalizuje się
Lepkość względna, °E w 80°C	nie normalizuje się		do 4,5 <sup>1)</sup>	nie normalizuje się		
Zawartość zanieczyszczeń mechanicznych	nie dopuszczalna <sup>1)</sup>				nie normalizuje się	
Olejów emulsyjnych, %, nie więcej niż	nie normalizuje się	1,0	nie normalizuje się			

<sup>1)</sup> Oznacza się tylko na żądanie odbiorcy.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Produkty smołowe z drewna liściastego i iglastego, z wyjątkiem paku, należy pakować w bębny stalowe o wymiarach zgodnych z PN-66/O-79031 albo w zbiorniki lub cysterny stalowe zaopatrzone w węzownice grzejne.

Cysterny i zbiorniki powinny być w sposób trwały zabezpieczone przed korozją.

Pak należy pakować do worków papierowych trójwarstwowych, otwartych klejonych, zamykanych sposobem zawijania wg PN-76/P-79005 o wymiarach 1050×50×90 mm lub 900×550×200 mm lub innych zgodnych z PN-68/O-79027.

Pak ze smoły z drewna liściastego może być także wysyłany luzem po uzgodnieniu z odbiorcą.

Opakowania powinny być znakowane w sposób zgodny z PN-76/O-79252, przy czym napis na każdym opakowaniu powinien zawierać:

- nazwę lub znak producenta,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii,
- numer beczki, bębna, lub worka,
- napis ostrzegawczy: ostrożnie z ogniem.

Każda cysterna powinna mieć na zewnętrznej stronie umieszczone znaki zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi.

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji przy przewozie produktów smołowych z drewna liściastego lub smoły z drewna iglastego jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm. Ładunek na palecie

powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

**4.3. Przechowywanie.** Produkty smołowe z drewna liściastego i iglastego należy przechowywać w zbiornikach lub w bębnach stalowych z wyjątkiem paku luzem, który należy przechowywać na utwardzonym podłożu pod dachem. Zbiorniki stalowe powinny być zaopatrzone w wewnętrzne urządzenia grzejne z materiału kwasoodpornego, umożliwiając zastosowanie pary wodnej do ogrzewania smoły podczas przepompowywania jej do cystern lub bębnów. Magazynowanie należy prowadzić zgodnie z Przepisami o magazynowaniu materiałów łatwopalnych.

**4.4. Transport.** Produkty smołowe z drewna liściastego i iglastego mogą być transportowane wszelkimi środkami lokomocji zgodnie z Przepisami o przewozie materiałów i przedmiotów niebezpiecznych.<sup>1)</sup>

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) oględziny zewnętrzne,
- b) oznaczanie gęstości względnej,
- c) oznaczanie zawartości wody,
- d) oznaczanie zawartości fenoli,
- e) oznaczanie zawartości paku,
- f) oznaczanie zawartości olejów lekkich,
- g) oznaczanie zawartości kwasów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na kwas octowy,
- h) oznaczanie zawartości popiołu,
- i) oznaczanie zawartości składników nierozpuszczalnych w acetonie,
- j) oznaczanie temperatury mięknięcia,
- k) oznaczanie lepkości względnej,
- l) oznaczanie zawartości zanieczyszczeń mechanicznych,
- ł) oznaczanie zawartości olejów emulsyjnych.

**5.2. Wielkość partii.** Partię produktu smołowego otrzymanego z drewna liściastego i iglastego stanowi zawartość jednej cysterny lub zawartość najwyżej 160 bębnów pojemności 200 l, jeżeli zostały one załadowane ze zbiornika magazynowego.

Jeśli bębny zostały załadowane bezpośrednio z agregatu produkcyjnego, to partię stanowi jedna szarża produkcyjna.

W przypadku paku partię stanowi zawartość 1 wagonu wysyłanego paku luzem lub jedna szarża produkcyjna przy wysyłaniu paku w bębnach lub workach.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Do pobierania próbek z każdej partii podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności bębnów w partii, podaną liczbę bębnów wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba bębnów w partii, sztuk	Liczba bębnów, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12

Próbki należy pobierać z każdej wybranej cysterny lub bębna próbnikiem nr 7 wg PN-74/C-60008 z dolnej, środkowej i górnej części cysterny w stosunku 1:3:1.

Zarówno u producenta, jak i u odbiorcy dopuszcza się pobieranie próbek w czasie przepompowywania smoły ze zbiornika magazynowego do cystern i odwrotnie.

Próbki smoły preparowanej należy pobierać po uprzednim podgrzaniu smoły do temperatury około 40°C.

Przy pobieraniu próbek z bębnów ze smołą należy pobierać próbki z całej wysokości słupa smoły w bębnie. Zawartość wybranych opakowań należy przed tym wymieszać przez kilkakrotne przetoczenie bębna.

Do pobierania próbek z bębnów z pakiem należy stosować próbnik nr 12 do pobierania próbek produktów bezkształtnych wg PN-74/C-60008. Próbki należy pobierać z dwóch miejsc: ze środka bębna oraz z miejsca położonego w odległości  $\frac{1}{6}$  szerokości bębna. Liczba próbek pierwotnych powinna być równa liczbie opakowań wybranych do pobrania próbek, przy czym wielkość każdej próbki pierwotnej powinna być jednakowa i zapewnić otrzymanie próbki ogólnej o wielkości co najmniej 3 kg.

Średnią próbką laboratoryjną o masie 2 kg przygotowaną wg PN-67/C-04500 należy podzielić na dwie, w przybliżeniu, równe części i umieścić każdą z nich w słoiku. Słoiki należy szczelnie zamknąć i zabezpieczyć tak, aby zagwarantować identyczność próbek. Na słoikach należy umieścić nalepki zawierające co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) numer partii,
- c) wielkość partii,
- d) datę pobrania próbki,
- e) nazwisko osoby pobierającej próbkę.

Jedną średnią próbką laboratoryjną należy przeznaczyć do wykonania badań, a drugą przechowywać do ewentualnej analizy rozjemczej przez 2 miesiące. W przypadku smoły przeznaczonej do wysyłki eksportowej czas przechowywania próbek do analizy rozjemczej należy uzgodnić z eksporterem. Wybór laboratorium do wykonania analizy rozjemczej uzależniony jest od uzgodnienia stron.

Opakowania ze średnimi próbkami laboratoryjnymi należy otwierać bezpośrednio przed przystąpieniem do wykonywania analizy.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Oględziny zewnętrzne.** Postać i barwę należy sprawdzić przez oględziny nieuzbrojonym okiem.

### 5.4.2. Oznaczenie gęstości względnej

#### 5.4.2.1. Przyrządy

- a) Piknometr z szeroką szyjką pojemności 50 cm<sup>3</sup>.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

b) Termometr o zakresie temperatur  $0 \div 50^\circ\text{C}$ , z podziałką co  $0,2^\circ\text{C}$ .

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.** Wymyty dokładnie i wysuszony do stałej masy piknometr należy zważyć z dokładnością do  $0,002\text{ g}$  i napełnić wodą destylowaną, zamknąć korkiem z kapilarą, doprowadzić w ciągu 1 h na łaźni wodnej do temperatury  $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$  i po dokładnym wytarciu ponownie zważyć z dokładnością do  $0,002\text{ g}$ . Po wylaniu wody i wysuszeniu piknometr należy napełnić go badanym produktem smołowym w takiej ilości, aby zajął on  $\frac{3}{4}$  pojemności piknometr. Po włożeniu korka piknometr z produktem smołowym wstawia się na około 90 min do łaźni wodnej o temperaturze  $40 \div 50^\circ\text{C}$  w celu usunięcia z produktu smołowego pęcherzyków powietrza. Po tym czasie piknometr wyjąć z łaźni i po ostudzeniu do  $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$  w ciągu 2 h na łaźni wodnej w temperaturze  $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$  należy zważyć wraz z produktem smołowym z dokładnością do  $0,002\text{ g}$ . Następnie do piknometr z produktem smołowym wlać do kreski wodę destylowaną o temperaturze  $20^\circ\text{C}$  i po doprowadzeniu temperatury do  $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$  i ewentualnym uzupełnieniu poziomu wody w piknometrze oraz po dokładnym wytarciu zważyć z dokładnością do  $0,002\text{ g}$ . Gęstość względną produktów smołowych ( $x$ ) obliczyć wg wzoru

$$x = \frac{m_2 - m}{(m_1 - m) - (m_3 - m_2)} \quad (1)$$

w którym:

- $m$  — masa pustego piknometr, g,
- $m_1$  — masa piknometr z wodą, g,
- $m_2$  — masa piknometr z produktem smołowym, g,
- $m_3$  — masa piknometr z produktem smołowym i z wodą, g.

Zamiast piknometr dopuszcza się użycie kolby pomiarowej pojemności  $100\text{ cm}^3$ . Dopuszcza się również oznaczanie gęstości produktów smołowych wg PN-66/C-04004, stosując areometr do pomiarów w temperaturze  $20^\circ\text{C}$ , przy czym badany produkt powinien mieć temperaturę  $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ .

**5.4.2.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza  $5\%$  wyniku mniejszego.

**5.4.3. Oznaczanie zawartości wody** należy wykonać metodą destylacyjną zgodnie z PN-66/C-04523.

#### 5.4.4. Oznaczanie zawartości fenoli

##### 5.4.4.1. Przyrządy

- a) Naczynka wagowe pojemności  $40\text{ cm}^3$ .
- b) Biureta pojemności  $50\text{ cm}^3$  z podziałką co  $0,1\text{ cm}^3$  pojemności kul  $125$  i  $300\text{ cm}^3$ .
- c) Cylinder pomiarowy pojemności  $25\text{ cm}^3$ .
- d) Lejek szklany o średnicy  $50\text{ mm}$  z długą rurką.

##### 5.4.4.2. Odczynniki

- a) Benzen czysty.
- b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór  $2\text{N}$ .

**5.4.4.3. Wykonanie oznaczania.** Do suchego i wytarowanego naczynka wagowego należy odważyć z dokładnością do  $0,01\text{ g}$  około  $10\text{ g}$  badanego produktu smołowego. Biuretę należy ustawić w statywie pionowo małą

kulą w dół. Do biurety, za pomocą lejka z długą rurką sięgającą aż do kreski zerowej, należy wlać około  $126\text{ cm}^3$   $2\text{N}$  roztworu wodorotlenku potasowego w ten sposób, aby po napełnieniu małej kuli poziom roztworu w biurecie był w granicach  $0 \div 1\text{ cm}^3$ . Po upływie  $10\text{ min}$  należy odczytać poziom wodorotlenku potasowego w biurecie (jeżeli wodorotlenek potasowy wlewa się do biurety za pomocą zwykłego lejka — poziom roztworu należy odczytać po upływie  $30\text{ min}$ ). Następnie w cylindrze pomiarowym należy odmierzyć  $25\text{ cm}^3$  benzenu, z czego  $10\text{ cm}^3$  należy wlać do biurety, a potem wlać przygotowaną odważkę produktu smołowego, zaś naczynko wagowe i lejek należy dokładnie opłukać pozostałą ilością benzenu, wlewając popłuczki także do biurety. Biuretę należy szczelnie zamknąć szklanym korkiem ze szlifem i po przewróceniu dużą kulą w dół wstrząsać przez  $5\text{ min}$ , po czym ustawić biuretę w statywie pionowo, małą kulą w dół i pozostawić do całkowitego rozwarstwienia się cieczy. Po upływie  $2\text{ h}$  należy odczytać ze skali biurety poziom dolnej warstwy cieczy, zawierającej roztwór wodorotlenku potasu i jego związki z fenolami.

Zawartość fenoli ( $x_1$ ) w stosunku do bezwodnych produktów smołowych obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 100}{m} - W \cdot \frac{100}{100 - W} \quad (2)$$

w którym:

- $V_1$  — pierwszy odczyt poziomu roztworu w biurecie,  $\text{cm}^3$ ,
- $V_2$  — drugi odczyt poziomu roztworu dolnej warstwy cieczy w biurecie,  $\text{cm}^3$ ,
- $m$  — odważka badanego produktu smołowego, g,
- $W$  — zawartość wody w badanym produkcie smołowym oznaczona wg 5.4.3, %.

**5.4.4.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza  $2\%$  wyniku mniejszego.

#### 5.4.5. Oznaczanie zawartości olejów lekkich i paku

**5.4.5.1. Przygotowanie aparatury.** Aparaturę należy zestawić wg PN-67/C-04010. Przed rozpoczęciem destylacji produktów smołowych należy przetrzeć wnętrze rurki chłodnicy watą w celu usunięcia śladów cieczy pozostałych z poprzednich destylacji. Płaszcz chłodnicy należy napełnić świeżą wodą i utrzymywać jej przepływ podczas destylacji.

**5.4.5.2. Wykonanie oznaczania.** Pełne oznaczanie wykonuje się dla smoły preparowanej, natomiast dla stabilizatora i dla smoły zwykłej należy oznaczać tylko zawartość paku. Próbkę badanej smoły preparowanej należy podgrzać na łaźni wodnej do temperatury  $45^\circ\text{C}$ . Do kolby wytarowanej wraz z kilkoma kawałkami tłuczonej, porowatej porcelany należy wlać  $100 \pm 5\text{ g}$  wymieszanej smoły i zważyć kolbę z dokładnością do  $0,1\text{ g}$ . Po zważeniu należy umieścić kolbę w zestawie do destylacji i ogrzewać ostrożnie palnikiem gazowym. Skroplony destylat zbiera się w przypadku smoły preparowanej do cylindra pomiarowego pojemności  $50\text{ cm}^3$ . Ogrzewanie kolby należy prowadzić w ten sposób, aby

pierwsza kropla spadła do cylindra nie wcześniej niż po 10 i nie później niż po 15 min od chwili rozpoczęcia ogrzewania. Szybkość destylacji ustala się na około  $2 \text{ cm}^3$  na 1 min. Wodę i oleje wrzące w temperaturze do około  $220^\circ\text{C}$  należy odbierać łącznie do pierwszego cylindra pomiarowego. Oleje destylujące powyżej  $220^\circ\text{C}$  do końca destylacji należy odbierać do drugiego cylindra.

Koniec destylacji poznaje się po pienieniu się zawartości w kolbie, wydzielaniu się białych par i po spadku temperatury. Wówczas należy przerwać ogrzewanie i pozostawić aparat przez 5 min w celu umożliwienia spłynięcia resztek olejów z chłodnicy do cylindra.

Procentową zawartość wody i olejów lekkich wrzących do temperatury  $220^\circ\text{C}$  w smole preparowanej należy odczytać bezpośrednio z objętości cieczy w pierwszym cylindrze pomiarowym, przyjmując gęstość względną olejów za równą jedności. Kolbę z pozostałością należy ostudzić i zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Zawartość paku ( $x_2$ ) w badanej smole preparowanej w stabilizatorze i w smole zwykłej oblicza się w procentach wg wzoru

$$x_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

- $m$  — masa kolby z pakiem, g,
- $m_1$  — masa kolby pustej, g,
- $m_2$  — odważka produktu smołowego, g.

**5.4.5.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku mniejszego.

**5.4.6. Oznaczanie zawartości kwasów rozpuszczalnych w wodzie**

#### 5.4.6.1. Przyrządy

- a) Kolby stożkowe pojemności 300 i  $500 \text{ cm}^3$ .
- b) Chłodnice zwrotne Liebiga 400 mm.
- c) Łaźnia wodna.
- d) Kolba pomiarowa pojemności  $200 \text{ cm}^3$ .
- e) Lejek o średnicy 70 mm.

#### 5.4.6.2. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- b) Wskaźnik Tashiro przygotowany w następujący sposób:  $100 \text{ cm}^3$  0,03-procentowego roztworu czerwieni metylowej cz.d.a. należy zmieszać z  $15 \text{ cm}^3$  0,1-procentowego wodnego roztworu błękitu metylowego cz.d.a. Barwa tego wskaźnika zmienia się od zielonej (alkalicznej) do fioletowej (kwaśnej). Wskaźnik przechowywać we flaszkiach z ciemnego szkła. Roztwór czerwieni metylowej przygotowuje się rozpuszczając odpowiednią ilość czerwieni metylowej w 70-procentowym roztworze alkoholu etylowego.

**5.4.6.3. Wykonanie oznaczenia.** Około 5 g badanej smoły odważyć z dokładnością do 0,01 g w kolbie stożkowej pojemności  $300 \text{ cm}^3$ , dodać  $100 \text{ cm}^3$  wrzącej wody destylowanej i kolbę połączyć z chłodnicą zwrotną Liebiga. Kolbę z zawartością ogrzać na łaźni wodnej o temperaturze  $100^\circ\text{C}$  w ciągu 15 min. W czasie ogrzewania ostrożnie wstrząsać zawartością kolby. Po ukoń-

czeniu ogrzewania roztwór z kolby zdekantować przez sączek do kolby pomiarowej pojemności  $200 \text{ cm}^3$ . Pozostałą po zdekantowaniu smołę przemyć trzykrotnie po  $30 \text{ cm}^3$  wrzącą wodą destylowaną i zlewać każdorazowo wodę z przemycia przez ten sam sączek do kolby pomiarowej z przesączonym roztworem. Po ostudzeniu do  $20^\circ\text{C}$  dopełnić objętość roztworu w kolbie wodą destylowaną do kreski i wymieszać przez około 3 min.  $100 \text{ cm}^3$  otrzymanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , do której uprzednio należy wlać  $300 \text{ cm}^3$  wody destylowanej pozbawionej dwutlenku węgla oraz  $1 \text{ cm}^3$  wskaźnika Tashiro. Roztwór miareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego, aż do uzyskania zielonego zabarwienia roztworu w kolbie, nie zanikającego w ciągu 1 min.

Zawartość kwasów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na kwas octowy ( $x_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_3 = \frac{2 \cdot V \cdot 0,006 \cdot 100}{m} = \frac{1,2 \cdot V}{m} \quad (4)$$

w którym:

- $V$  — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego,  $\text{cm}^3$ ,
- $m$  — odważka badanej smoły, g,
- 0,006 — ilość kwasu octowego odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

**5.4.6.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników przynajmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 2% wartości wyniku mniejszego.

#### 5.4.7. Oznaczanie zawartości popiołu

**5.4.7.1. Wykonanie oznaczenia.** Około 5 g badanej smoły odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,001 g w tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym do stałej masy i wytarowanym z dokładnością do 0,001 g. Tygiel z zawartością ogrzewać stopniowo niewielkim płomieniem palnika Mekera, aby uniknąć rozpryskiwania się, zapalania lub wyrzucania badanej smoły z tygla. Ogrzewanie należy prowadzić aż do zupełnego spalania smoły. Pozostałość w tyglu porcelanowym prażyć następnie w silnym, utleniającym płomieniu palnika do otrzymania stałej masy, studząc tygiel w eksykatorze przed każdym ważeniem.

Zawartość popiołu ( $x_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2} \quad (5)$$

w którym:

- $m_1$  — masa popiołu, g,
- $m_2$  — masa smoły, g.

**5.4.7.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 5% wartości wyniku mniejszego.

#### 5.4.8. Oznaczanie zawartości składników nierozpuszczalnych w acetonie

##### 5.4.8.1. Przyrządy

- Kolba stożkowa pojemności 200 cm<sup>3</sup>.
- Pipeta 100 cm<sup>3</sup>.
- Chłodnica zwrotna pięciokulkowa.
- Łaźnia wodna.
- Lejek szklany o średnicy 75 mm.

**5.4.8.2. Wykonanie oznaczania.** W kolbie stożkowej pojemności 200 cm<sup>3</sup> należy odważyć z dokładnością 0,01 g około 1,5 g paku. Do kolby należy dodać za pomocą pipety 100 cm<sup>3</sup> acetonu cz.d.a., a następnie kolbę ustawić na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną pięciokulkową i ogrzewać przez 15 min w temperaturze nie przekraczającej 50°C, przy ciągłym wstrząsaniu zawartości kolby. Roztwór z kolby należy przesączyć przez wysuszony i wytarowany z dokładnością do 0,001 g sączek jakościowy, który należy umieścić w lejku szklanym o średnicy 75 mm. Po przemyciu sączka 20 cm<sup>3</sup> acetonu należy suszyć sączek wraz z lejkiem w temperaturze 100 ± 1°C do stałej masy. Sączek po ochłodzeniu w eksykatorze należy ostrożnie wyjąć z lejka i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Zawartość części nierozpuszczalnych w acetonie ( $x_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_5 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2} \quad (6)$$

w którym:

- $m$  — masa sączka z osadem, g,
- $m_1$  — masa sączka czystego, g,
- $m_2$  — naważka paku, g.

**5.4.8.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wartości wyniku mniejszego.

**5.4.9. Oznaczanie temperatury mięknięcia.** Temperaturę mięknięcia paku należy oznaczać wg PN-73/C-97084.

#### 5.4.10. Oznaczanie lepkości względnej

##### 5.4.10.1. Przyrządy

- Aparat Englera z całkowitym wyposażeniem, przystosowany do pomiarów lepkości płynów gęstych.
- Sekundomierz (stoper) o podziałce co najmniej 0,2 s.

**5.4.10.2. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie wykonuje się wg PN-77/C-04014 z próbką smoły 200 cm<sup>3</sup> przy temperaturze pomiaru 80 ± 0,5°C.

**5.4.10.3. Obliczanie wyników.** Czas wypływu 200 cm<sup>3</sup> badanej smoły o temperaturze 80°C mierzony w sekundach, podzielony przez czas wypływu w sekundach 200 cm<sup>3</sup> wody destylowanej o temperaturze 20°C, daje lepkość względną badanej smoły.

Czas wypływu 200 cm<sup>3</sup> wody przy temperaturze 20°C ustala się wykonując co najmniej 5 oznaczeń, których średnia arytmetyczna wyników stanowi tzw. wartość wodną.

Wartość wodną aparatu Englera należy kontrolować co 3 miesiące.

**5.4.10.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników przynajmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 4% wartości wyniku mniejszego przy wykonywaniu oznaczeń na tym samym aparacie. Przy wykonywaniu oznaczeń na różnych aparatach i przez różne laboratoria różnica może wynosić 8%.

#### 5.4.11. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń mechanicznych

##### 5.4.11.1. Przyrządy

- Zlewka pojemności 200 cm<sup>3</sup>.
- Sito metalowe tkane o 1600 oczkach na 1 cm<sup>2</sup>.

**5.4.11.2. Odczynniki.** Aceton czysty.

**5.4.11.3. Wykonanie oznaczania.** Do wysuszonej i zważonej zlewki należy wlać 30 ± 1 g badanego produktu smołowego i dodać 100 cm<sup>3</sup> acetonu. Zawartość zlewki należy wymieszać dokładnie szklanym pręcikiem, aż do zupełnego rozpuszczenia się produktu smołowego, po czym roztwór przesączyć przez sito. Zlewkę należy popłukać dwukrotnie, używając do każdego płukania około 50 cm<sup>3</sup> acetonu, następnie należy go również przesączyć przez sito.

**5.4.11.4. Wynik.** Brak na sicie zanieczyszczeń mechanicznych widocznych gołym okiem po wykonaniu co najmniej dwóch oznaczeń kwalifikuje badany produkt smołowy jako nie mający zanieczyszczeń mechanicznych.

Dopuszcza się stosowanie do rozpuszczania produktu smołowego acetonu zregenerowanego przez oddestylowanie go z roztworu acetonu ze smołą.

#### 5.4.12. Oznaczanie zawartości olejów emulsyjnych

##### 5.4.12.1. Przyrządy

- Zlewka wysoka pojemności 75 cm<sup>3</sup>. Dopuszcza się używanie zlewki wysokiej pojemności 150 cm<sup>3</sup> przy naważce około 120 g.
- Łaźnia wodna.
- Zegar.
- Łyżeczka.

**5.4.12.2. Wykonanie oznaczania.** Badaną próbkę smoły preparowanej należy ogrzać do 40 ÷ 50°C i po starannym wymieszeniu pobrać naważkę 60 ± 5 g do zlewki pojemności 75 cm<sup>3</sup>. Zlewkę z próbką smoły preparowanej należy umieścić na łaźni wodnej i ogrzewać do 80°C. W tej temperaturze należy próbkę utrzymać w ciągu 30 min, a następnie schłodzić ją wodą z wodociągu (temperatura około 10°C) w czasie 30 min.

Podczas ochładzania smoły preparowanej zawierającej oleje emulsyjne tworzą się dwie warstwy. Po ostudzeniu należy zlewkę osuszyć przez warstwę (oleje emulsyjne), po czym zważyć pozostałą w zlewce smołę z dokładnością do 0,01 g.

Zawartość olejów emulsyjnych ( $x_6$ ) w smołę preparowanej obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_6 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (7)$$

w którym:

$m$  — nadważka smoły preparowanej, g,

$m_1$  — masa smoły po usunięciu olejów emulsyjnych, g.

**5.4.12.3. Wynik.** Za wynik należy uważać średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wartości wyniku mniejszego.

**5.5. Zaokrąglanie wyników.** Wyniki wszystkich oznaczeń należy podawać z dokładnością określoną w wy-

maganiach, po zaokrągleniu uzyskanych wartości wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

**5.6. Ocena wyników badań.** Partię produktu smołowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania dadzą wyniki zgodne z rozdz. 3.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Dla wysyłanego produktu smołowego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy atest kontroli jakości zawierający wyniki badań wg rozdz. 5 oraz stwierdzający ich zgodność z wymaganiami normy.

## K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych, Warszawa.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6076-08 i BN-67/6076-05**

a) połączono w jedną normę istniejące dotychczas dwie odrębne normy: Produkty suchej destylacji drewna. Smoła z drewna iglastego i Produkty smołowe z drewna liściastego.

b) uaktualniono postanowienia dotyczące pakowania, znakowania, przechowywania i transportu oraz pobierania próbek do badań,

c) wprowadzono postanowienia dotyczące zaokrąglenia wyników.

**3. Normy i dokumenty związane**

PN-67/C-04010 Przetwory naftowe. Destylacja normalna. Oznaczenie składu frakcyjnego

PN-77/C-04014 Przetwory naftowe. Oznaczenie lepkości względnej lepkościerzem Englera

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

PN-66/C-04523 Oznaczenie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-77/C-97065 Produkty węglowodorne. Oznaczenie popiołu

PN-73/C-97084 Produkty węglowodorne. Pomiar temperatury mięknięcia metodą Krämera — Sarnowa

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-66/O-79031 Opakowania transportowe. Bębny i bańki metalowe. Szereg wymiarowy

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe  
Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz.T.i Z.K. z 1968 r., nr 4, poz. 10 wraz z późniejszymi zmianami).

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z 7.III.1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123).

**4. Symbol wg SWW**

smoła zwykła z drewna liściastego — 1249-34,

smoła z drewna iglastego — 1249-35,

smoła preparowana do produkcji węgla formowanych — 1249-341,

impregnat do szczeliwa — 1249-343,

stabilizator do syntezy kauczuku — 1283-14,

pak ze smoły z drewna iglastego — 1249-371.

**5. Autorzy projektu normy** — mgr inż. Jerzy Woźniakiewicz — Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych — Tatiana Pyra — Hajnowskie Przedsiębiorstwo Suchej Destylacji Drewna.