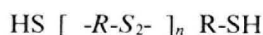


WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Produkty organiczne Poltiokole	6026-84
		Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są poltiokole, które są ciekłymi polisiarczkami organicznymi otrzymywanymi w reakcji mieszaniny wodorosiarczku i dwusiarczku z wielochlorowcowopochodnymi alifatycznymi



gdzie $R = C_2H_4-O-CH_2-O-C_2H_4$ — formal dietylowy lub inne rodniki eterów albo węglowodorów alifatycznych

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Poltiokole są stosowane głównie w budownictwie do produkcji elastycznych, chemoutwardzalnych kitów i spoiw oraz

wytwarzania zabezpieczających powłok antykorozyjnych, a ponadto do modyfikacji żywic epoksydowych i innych substancji organicznych. Produkuje się je dla potrzeb przemysłu lotniczego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. W zależności od normy cząsteczkowej lepkości i zawartości grup SH rozróżnia się trzy odmiany poltiokoli o nazwach POLTIOKOL-1, POLTIOKOL-2, POLTIOKOL-3.

2.2. Przykład oznaczania poltiokolu odmiany pierwszej:

POLTIOKOL-1 BN-90/6026-84

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tablicy.

Parametry	Odmiany poltiokoli		
	POLTIOKOL-1	POLTIOKOL-2	POLTIOKOL-3
Postać	ciecze przezroczyste, bez zanieczyszczeń mechanicznych		
Barwa	ciemnobrązowa		
Lepkość, mPa · s przy 20°C	700 ÷ 1200	2000 ÷ 8000	6000 ÷ 40000
Masa cząsteczkowa, g/mol	800 ÷ 1200	1300 ÷ 1900	1900 ÷ 3200
Zawartość grup SH ⁻ , %(m/m)	8,0-5,5	5,0-3,5	3,5-2,1
Zawartość wody, %(m/m)	nie więcej niż 0,2	nie więcej niż 0,2	nie więcej niż 0,2
Zawartość siarki całkowitej, %(m/m)	39 ±1	39 ±1	39 ±1

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Górnictwa Surowców Chemicznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 10 września 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar Nr 1/1991, poz. 3)

3.2. Okres gwarancji. Poltiokole w opakowaniach wg 4.1, przechowywane w warunkach wg 4.2, powinny spełniać wymagania normy wg 3.1 przez dwa lata.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Ciekłe polisiarczki organiczne należy pakować w szczelnie zamknięte pojemniki metalowe ocynkowane pojemności 10, 15, 25 l lub słoje szklane pojemności 0,5; 1 l wg BN-84/5833-23.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowań w uzgodnieniu z odbiorcą. Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79251, umieszczając na każdym opakowaniu trwałą napis zawierający:

- nazwę produktu,
- datę produkcji,
- oznaczenie wg 3.2,
- masę netto,
- liczbę warstw składowania — 1,
- liczbę warstw ładowania — 1,
- okres gwarancji,
- znaki wg PN-76/O-79251 p. 2.3.9, 2.4.2.

4.2. Przechowywanie. Poltiokole należy przechowywać w zadaszonych przewiewnych pomieszczeniach magazynowych, w temperaturach od -23°C do $+35^{\circ}\text{C}$.

W przypadku pakowania do pojemników metalowych ocynkowanych, można je ustawiać tylko jedno-warstwowo, natomiast w słojach szklanych lub kontenerach — maksymalnie dwuwarstwowo.

4.3. Transport. Poltiokole nie są materiałami niebezpiecznymi zgodnie z przepisami transportowymi RID/ADR. Poltiokole opakowane wg 4.1 można przewozić dowolnymi środkami transportu. Słoje szklane powinny być umieszczone w skrzyniach lub innych pojemnikach zabezpieczających je przed przesuwaniami względem siebie.

Przygotowanie środków transportu oraz sposób załadunku należy prowadzić zgodnie z obowiązującymi aktualnie przepisami transportowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partia stanowi najwyżej 50 kg wyrobu uzyskanego w jednakowych warunkach technologicznych wytwarzania przy użyciu jednakowych surowców.

5.2. Pobieranie próbek. Z przedstawionej do badań partii poltiokolu należy wylosować 10% opakowań, ale nie mniej niż 5 sztuk. Próbkę pierwotną o wadze nie mniejszej niż 500 g należy pobrać próbnikiem nr 7 wg PN-74/C-60008 po dokładnym wymieszaniu zawartości opakowania.

Próbkę ogólną należy dobrze wymieszać i pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną nie mniejszą niż 20 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczenie lepkości należy wykonać wg PN-78/C-04019.

5.3.2. Oznaczenie masy cząsteczkowej

5.3.2.1. Zasada metody polega na reakcji azotanu srebra z poltiokolem i odmiareczkowaniu powstałego kwasu azotowego roztworem wodorotlenku sodowego.

5.3.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Pirydyna cz.d.a.
- b) Azotan srebrowy, roztwór o stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,4 \text{ mol/l}$.
- c) Wodorotlenek sodowy, roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- d) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1% (m/m).

5.3.2.3. Wykonanie oznaczania. Do suchej kolby stożkowej pojemności 200 ml należy odważyć $0,15 \div 0,3$ poltiokolu z dokładnością do 0,0002 g, następnie dodać 15 ml pirydyny i przykryć szkiełkiem zegarkowym lub korkiem, dobrze wymieszać.

Po rozpuszczeniu substancji badanej dodać pipetą 5 ml roztworu azotanu srebrowego wg 5.3.2.2b), mieszać przez 5 min, po czym dodać 100 ml wody destylowanej, 2 ml roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wg 5.3.2.2c), do różowego zabarwienia.

5.3.2.4. Obliczenia wyniku oznaczania. Masę cząsteczkową polisiarczku (M) w g/mol obliczyć wg wzoru

$$M = \frac{G \cdot 20000}{V \cdot 0,1} \quad (1)$$

w którym:

- G — odważka polisiarczku, g,
- V — ilość 0,1 mol/NaOH, ml,
- 20000 — przelicznik z grup SH^- na masę cząsteczkową.

5.3.2.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Dopuszczalna różnica między wynikami nie może przekraczać 10% wartości wyniku mniejszego.

5.3.3. Oznaczenie zawartości grup SH^-

5.3.3.1. Zasada metody polega na redukcji jodu przez grupy SH^- zawarte w poltiokolu i odmiareczkowaniu nadmiaru jodu tiosiarczanem sodowym.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Benzen cz.d.a.
- b) Jod, roztwór o stężeniu $c(\text{J}) = 0,1 \text{ mol/l}$ wg PN-81/C-04530/02 p. 2.7.
- c) Tiosiarczan sodowy, roztwór o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.
- d) Skrobia — roztwór 1%(m/m) świeżo przygotowany.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1,5 g poltiokolu do suchej kolby stożkowej pojemności 200 ml z dokładnością do 0,0002 g, następnie dodać 20 ml benzenu i mieszając — rozpuścić dokładnie poltiokol. Po rozpuszczeniu próbki dodać z biurety roztwór jodu wg 5.3.3.2b) do uzyskania brunatnego zabarwienia warstwy wodnej i około 3 ml nadmiaru jodu.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 2.

Dodać 1 ÷ 2 ml roztworu skrobi. Nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego wg 5.3.3.2c) do uzyskania bezbarwnego zabarwienia.

5.3.3.4. Obliczenie wyniku oznaczania. Zawartość grup SH⁻ (X_1) %(*m/m*) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,1 \cdot 33,07 \cdot 100}{G_1 \cdot 1000} \quad (2)$$

w którym:

- V_1 — ilość roztworu jodu, ml,
- V_2 — ilość tiosiarczanu sodowego, ml,
- 33,07 — ilość SH⁻ odpowiadająca 1 ml roztworu 0,05 mol jodu,
- G_1 — odważka poltiokolu, g.

5.3.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Dopuszczalna różnica między wynikami nie może przekraczać 3% wartości wyniku mniejszego.

5.3.4. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-83/C-04523 z użyciem ksylenu jako cieczy azeotropującej.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej

5.3.5.1. Zasada metody polega na spalaniu próbki w atmosferze tlenu, zaabsorbowaniu produktów spalania w wodzie utlenionej i oznaczanie powstałych jonów siarczanowych miareczkowo za pomocą nadchloranu baru.

5.3.5.2. Aparatura i przyrządy

- a) Kolba do spalań z doszlifowanym korkiem pojemności 300 ÷ 500 ml.
- b) Koszyczek platynowy z drutu platynowego.
- c) Kapilary szklane do odważania prób.

5.3.5.3. Odczynniki i roztwory

- a) Woda utleniona — roztwór 3%(*m/m*).
- b) Alkohol izopropylowy cz.d.a.
- c) Toron (wskaźnik) roztwór 0,2%(*m/m*).
- d) Błękit metylenowy, roztwór 0,1%(*m/m*) w alkoholu izopropylowym.
- e) Kwas siarkowy, roztwór o stężeniu $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,005 \text{ mol/l}$ wg PN-81/C-04530/01 p. 2.1.
- f) Tlen z butli.
- g) Bibuła do sączenia.
- h) Nadchloran barowy, roztwór o $c(\text{BaClO}_4)_2 = 0,01 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób; odważyć na wadze technicznej około 3,5 g nadchloranu baru i rozpuścić w 1000 ml wody destylowanej. W przypadku zmętnienia roztwór należy przesączyć.

Miano roztworu $(\text{BaClO}_4)_2$ nastawić na kwas siarkowy wg poz. e). Sposób postępowania: do kolby stożkowej pojemności 50 ml pobrać 6 ml kwasu siarkowego wg poz. e) i dodać 15 ml izoprepanolu, kroplę błę-

kitu metylenowego i 2 krople toronu miareczkować roztworem nadchloranu barowego do zmiany barwy z seledynowej na różową. Miano nadchloranu barowego wyliczyć ze wzoru

$$T_s = \frac{0,16033 \cdot V_3}{V_4} \quad (3)$$

w którym:

- 0,16033 — ilość siarki odpowiadająca 1 ml 0,005 mol/l roztworu H₂SO₄, mg,
- V_3 — ilość 0,005 mol/l roztworu H₂SO₄, ml,
- V_4 — ilość nadchloranu barowego zużyta na odmiareczkowanie H₂SO₄, ml.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. Do kapilary szklanej odważyć 5 ÷ 10 mg z dokładnością do 0,2 mg poltiokolu w następujący sposób; zważoną, pustą kapilarę szklaną rozgrzać nad palnikiem gazowym i gorącą zanurzyć w badanej próbce. Po ostygnięciu kapilarę z próbką zważyć ponownie. Z różnicy mas obliczyć odważkę próbki. Kapilarę z próbką zawiąć w przygotowany kawałek bibuły do sączenia i umieścić w koszyczku platynowym w ten sposób, by „loncik“ bibuły wystawał na zewnątrz koszyczka. Zawiesić koszyczek wraz z próbką na haczyku korka kolby stożkowej.

Do kolby stożkowej wprowadzić 5 ml roztworu wody utlenionej i w ciągu kilkunastu sekund napełnić kolbę tlenem z butli. Zapalić wystający z koszyczka „loncik“ bibuły i szybko wprowadzić koszyczek do kolby, natychmiast zamknąć szczelnie korkiem. W czasie spalania należy korek docisnąć lekko do kolby. Po zakończeniu spalania kolbę odstawić na 40 min mieszając od czasu do czasu jej zawartość, po czym za pomocą 15 ml alkoholu izopropylowego przenieść ilościowo zawartość kolby do kolby stożkowej pojemności 50 ml.

Do roztworu dodać 1 kroplę błękitu metylenowego i 2 krople toronu do uzyskania seledynowego zabarwienia i miareczkować roztworem nadchloranu barowego wg 5.3.5.3h) do zmiany barwy na słabo różowy kolor.

5.3.5.5. Obliczenie wyniku oznaczania. Zawartość siarki całkowitej (X_2) w %(*m/m*) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_5 \cdot T_5}{G_2} \quad (4)$$

w którym:

- V_5 — ilość nadchloranu barowego zużytego do miareczkowania próbki, ml,
- T_5 — miano roztworu nadchloranu barowego, g/ml,
- G_2 — odważka, mg.

5.3.5.6. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników równoległych oznaczeń różniących się od siebie nie więcej niż 0,3%(*m/m*).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwokowy Górnictwa Surowców Chemicznych „Chemkop”, Kraków.

2. Normy i dokumenty związane

PN-78/C-04019 Oznaczanie lepkości dynamicznej lepkościerzem Höpplera

PN-83/C-04523 Oznaczenie zawartości wody metodą destylacyjną

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukujących (redoks)

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

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością, znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-84/5833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu „POCH” dla odczynników chemicznych

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo przewozowe (Dz. U. nr 35, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej RIV (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r. wraz z późniejszymi zmianami)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

3. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 12812-80 Циоколы житкие. Технические условия

4. Symbol wg SWW — 1241-97.

5. Autorzy projektu normy — inż. Joanna Hauser, dr Irena Błasiak — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Siarkowego, „Siarkopol”.