

TWORZYWA SZTUCZNE	N O R M A   B R A N Ź O W A	BN-85
	Folia wiskozowa (Tomofan) Oznaczenie zawartości gliceryny	6385-03/05
		Zamiast BN-74/6385-03/05
		Grupa katalogowa 1029

### 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości gliceryny stosowanej do produkcji folii wiskozowej zwykłej.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości gliceryny w poszczególnych partiach folii gotowej, jak również do bieżącej kontroli folii w procesie technologicznym.

### 2. METODA CZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na utlenianiu gliceryny metanadjodanem sodowym do kwasu mrówkowego, który oznacza się alkacymetrycznie.

#### 2.2. Odczynniki i roztwory

a) Metanadjodan sodowy ( $\text{NaIO}_4$ ) cz.d.a., roztwór wodny o stężeniu 10 g/l.

b) Wodorotlenek sodowy ( $\text{NaOH}$ ) cz.d.a., roztwór o stężeniu  $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$ , przygotowany wg PN-81/C-04530/01.

c) Czerwień metylowa, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.

#### 2.3. Aparatura i przyrządy

a) Wytrząsarka laboratoryjna.

b) Suszarka laboratoryjna z automatyczną regulacją temperatury.

c) Kolby stożkowe pojemności  $250 \text{ cm}^3$  z doszlifowanym korkiem.

d) Pipeta pojemności  $20 \text{ cm}^3$ .

e) Pipeta pojemności  $25 \text{ cm}^3$ .

f) Cylinder pomiarowy pojemności  $100 \text{ cm}^3$ .

g) Płaskie naczynka wagowe o  $\varnothing$  około 50 mm.

2.4. Pobieranie próbek do badań - wg BN-85/6385-03/07 p. 2.3.

2.5. Przygotowanie próbki do badań - wg BN-85/6385-03/07 p. 2.4.

2.6. Liczba próbek. Z każdej partii folii lub z każdej maszyny pobrać jedną próbkę folii. Masa próbki do badań powinna wynosić nie mniej niż 10 g.

2.7. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.5 próbki do badań odważyć w naczynku wagowym na wadze analitycznej z dokładnością do  $0,0002 \text{ g}$  około 1 g folii i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności  $250 \text{ cm}^3$ . Do kolby wlać  $100 \text{ cm}^3$ , odmierzony cylindrem pomiarowym, wody destylowanej o temperaturze  $20 \pm 25^\circ\text{C}$ , po czym zamknąć szczelnie kolbę, umocować ją na wytrząsarce i wytrząsać przez 30 min zapewniając intensywne mieszanie ( $100 \pm 120$  suwów wytrząsarki na 1 min). Bezpośrednio po zakończeniu wytrząsania pobrać pipetą  $20 \text{ cm}^3$  tak otrzymanego ekstraktu wodnego i przenieść do kolby stożkowej pojemności  $250 \text{ cm}^3$ , dodać 2 - 3 krople roztworu czerwieni metylowej oraz  $25 \text{ cm}^3$  roztworu metanadjodanu sodowego odmierzając go pipetą, po czym odstawić kolbę na 30 min pod przykryciem. Po upływie tego czasu zawartość kolby miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego o stężeniu  $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$  do zmiany zabarwienia roztworu z czerwonego na żółty.

Zgłoszona przez Instytut Włókien Chemicznych  
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 5 listopada 1985 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1985 poz. 24)

Równolegle wykonać oznaczanie wilgotności badanej folii wg BN-85/6385-03/07 p. 2.6.

Należy wykonać po 2 równoległe oznaczania zawartości gliceryny oraz zawartości wilgotności.

2.8. Obliczanie wyników. Zawartość gliceryny w badanej folii ( $X$ ) należy obliczyć w procentach wagowych w stosunku do suchej masy próbki folii po ekstrakcji wg wzoru

$$X = \frac{5V \cdot 0,05 \cdot 0,092}{m - (5V \cdot 0,05 \cdot 0,092 + 0,01 \cdot m \cdot w)} \cdot 100 =$$

$$= \frac{2,3V}{m - (0,023V + 0,01 \cdot m \cdot w)}$$

w którym:

$V$  - objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,

$m$  - masa badanej próbki, g,

$w$  - wilgotność folii, %,

0,092 - ilość gliceryny odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  wodorotlenku sodowego o  $c = 1 \text{ mol/l}$ , g.

2.9. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczeń.

Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,2%.

2.10. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń obliczonych wg 2.8, zgodnych z 2.9.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, Zakłady Włókien Chemicznych. CHEMITEK-WISTOM, Tomaszów Mazowiecki.

#### 2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6385-03/05

- podano sposób pobierania próbek do badań,
- zmieniono sposób przygotowania próbek do badań,
- skrócono czas ekstrakcji próbki,
- zmieniono sposób obliczania zawartości gliceryny w folii, odnosząc ją do suchej masy próbki folii po ekstrakcji.

#### 3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

BN-85/6385-03/07 Folia wiskozowa (Tomofan). Oznaczenie zawartości sumy plastifikatorów

4. Autorzy projektu normy - mgr inż. Danuta Markowska - Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, inż. Marian Szewczyk, mgr Barbara Szczepańska, inż. Elżbieta Wsulek - Zakłady Włókien Chemicznych CHEMITEK-WISTOM, Tomaszów Mazowiecki.