

POLIGRAFIA	NORMA BRANŻOWA		BN-72
	Proszek do rafinacji stopów drukarskich „Rafpol“		7442-10
			Grupa katalogowa XVII 94
„RAFPOL“ powder to refine the printing alloys	„RAFPOL“ poudre à raffiner les alliages d'impression	Порошок для рафинирования типографических сплавов „Рафполь“	„RAFPOL“ Pulver zur Raffination der Druckschmelzen



1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest proszek do rafinacji stopów drukarskich „Rafpol“, składający się z sody bezwodnej technicznej, chlorku amonowego, substancji redukującej nierozpuszczalnej w kwasie solnym i węglanu wapniowego.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Proszek „Rafpol“ jest stosowany do rafinacji stopów drukarskich ołowiuowo-antymonowo-cynowych.

1.3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
 PN-61/C-84001 Soda bezwodna techniczna
 PN-65/C-84061 Chlorek amonowy techniczny (salmiak)
 PN-67/M-94001 Sita tkane kontrolne o oczkach kwadratowych
 PN-55/N-03009 Statystyczna kontrola jakości.
 Liczba próbek jednostkowych

2. OZNACZENIE

PROSZEK DO RAFINACJI STOPÓW DRUKARSKICH
 „RAFPOL“ BN-72/7442-10

3. WYMAGANIA

Wymagania — wg tab. 1.

Tabela 1

Wyszczególnienie		Zawartość %	Dopuszczalne odchyłki %
Soda bezwodna techniczna wg PN-61/C-84001		20,0	±10
Chlorek amonowy techniczny wg PN-65/C-84061		30,0	±10
Substancja redukująca nierozpuszczalna w kwasie solnym		24,0	±10
Zawartość popiołu w substancji nierozpuszczalnej w kwasie solnym		max 0,5	
Własności fizyczne	pozostałość proszku na sicie o wymiarach boku lub o średnicy oczka 2 mm	nie dopuszcza się	
	postać	sypki biały proszek	

Centralne Laboratorium Poligraficzne

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Poligraficznego dnia 16 października 1972 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1973 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 5/1973 poz. 12)

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

4.1. Pakowanie. Proszek do rafinacji stopów powinien być pakowany po 1 kg do pudełek z tworzyw sztucznych albo do woreczków z folii polietylenowej lub z uplastycznionego polichloroku winylowego, znajdujących się w pudełkach z kartonu lub metalu.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis, zawierający co najmniej:

- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- masę netto,
- datę produkcji,
- napis „Termin ważności 6 miesięcy”,
- napis „Przechowywać w temperaturze poniżej 303 K (30°C)”.

4.2. Przechowywanie. Proszek do rafinacji stopów należy przechowywać w pomieszczeniach suchych o wilgotności najwyżej 80% i o temperaturze poniżej 303 K (30°C).

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek — wg PN-55/N-03009 przy współczynniku opłacalności badania $b=0,100$. Z każdej partii należy pobrać na ślepo określoną liczbę próbek wg tab. 2.

Tabela 2

N	do 15	16÷25	26÷63	64÷160	161÷250	251÷400	401÷1000
n	2	2	3	5	7	10	17

N — liczność partii.
n — liczba sztuk próbek pobranych przy danej partii N.

Z każdej partii należy pobrać próbkę w ilości co najmniej 100 g przy równomiernym rozłożeniu jej masy na wszystkie próbki jednostkowe wg liczby n.

Średnią próbkę laboratoryjną przygotować wg PN-67/C-04500. Próbkę rozjemczą należy przechowywać w ciągu 6 miesięcy.

5.2. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości sody bezwodnej technicznej,
- oznaczanie zawartości chlorku amonowego technicznego,
- oznaczanie zawartości substancji redukującej nierozpuszczalnej w kwasie solnym,
- oznaczanie zawartości popiołu w substancji nierozpuszczalnej w kwasie solnym,
- sprawdzenie pozostałości proszku na sicie.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości sody bezwodnej technicznej

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Czerwień metylowa, roztwór alkoholowy 0,2-procentowy.
- Azotan srebra, roztwór 1-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 4 g proszku do rafinacji odważonego z dokładnością do 0,002 g przenieść do zlewki o pojemności 200 ml, spłukać ścianki zlewki małą ilością wody destylowanej, dodać 100 ml wody destylowanej i pozostawić na 10 min, kilkakrotnie mieszając roztwór pręcikiem szklanym. Następnie spłukać pręcik szklany wodą i roztwór przesączyć do kolby stożkowej o pojemności 500 ml przez średnio gęsty sączonek jakościowy lub przez czysty szklany, lub porcelanowy tygiel do sączenia o gęstości 1. Osad przemywać wodą destylowaną aż do chwili, gdy przesącz badany papierkiem wskaźnikowym będzie miał $\text{pH}=6 \div 7$. Dokładność przemywania sprawdza się dodatkowo przez dodanie do małej ilości przesącza kilku kropel roztworu azotanu srebra; roztwór nie powinien zmętnieć ani nie powinien powstać osad. Do roztworu dodać 2 krople czerwieni metylowej i miareczkować roztworem kwasu siarkowego do pierwszej zmiany barwy. Następnie roztwór ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 2 min. Jeżeli po oziębieniu roztwór zabarwi się ponownie na żółto, miareczkować dalej roztworem kwasu siarkowego do zmiany barwy.

Zawartość sody bezwodnej technicznej (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0265 \cdot 100}{G} = \frac{V \cdot 2,65}{G}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,5n kwasu siarkowego, ml,

0,0265 — ilość sody bezwodnej technicznej odpowiadająca 1 ml ściśle 0,5n roztworu kwasu siarkowego,

G — odważka badanego proszku do rafinacji, g.

Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,1%.

5.3.2. Oznaczanie zawartości chlorku amonowego technicznego

5.3.2.1. Aparatura

- Kolba kulista z płaskim dnem o pojemności 750 ml z długą szyjką lub kolbą Kjeldahl'a o pojemności 750 ml.

- b) Chłodnica Liebiga.
- c) Wkraplacz o pojemności 100 ml.
- d) Kolba stożkowa o pojemności 500 ml.
- e) Łapacz kropel.

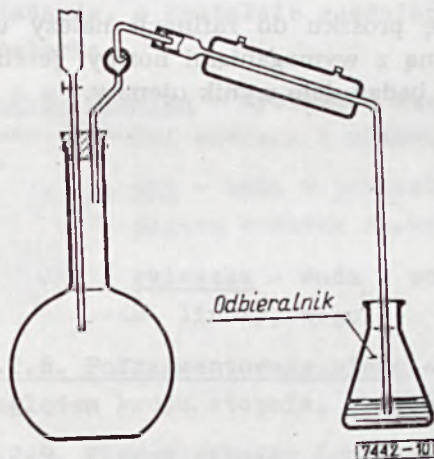
5.3.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór 30-procentowy i roztwór 0,5n.
- b) Kwas siarkowy, roztwór 0,5n.
- c) Czerwień metylowa: 0,2 g na 100 ml alkoholu.

5.3.2.3. Wykonanie oznaczania. $2 \div 2,5$ g badanego proszku odważonego w naczynku wagowym z dokładnością do 0,002 g przenieść do kolby kulistej z płaskim dnem i długą szyjką lub kolby Kjeldahl'a i dodać 300 ml wody, spłukując dokładnie naczynko wagowe i szyjkę kolby. W celu uniknięcia przegrzewania wrzucić kilka perełek szklanych lub kawałki kaolinu.

W kolbie stożkowej, służącej jako odbieralnik, umieścić 30 ml wody i 40 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego.

Zestawić aparaturę wg rysunku.



W celu uniknięcia strat wydzielającego się amoniaku aparaturę należy zestawić szczelnie. Szczelność aparatury powinno się sprawdzić przez zbliżenie zwilżonego papierka wskaźnikowego do miejsc, w których istnieje możliwość uchodzenia amoniaku.

We wkraplaczu umieścić 50 ml 30-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i stopniowo wkraplać go do kolby z badaną substancją. Po wkropleniu roztworu wodorotlenku sodowego ogrzewać zawartość kolby do wrzenia.

Destylację należy prowadzić tak długo, aż w kolbie pozostanie około $\frac{1}{3}$ pierwotnej objętości roztworu. Przed zakończeniem destylacji odbieralnik wg rysunku obniżyć tak, aby koniec rurki znajdował się nad powierzchnią płynu w odbieralniku, następnie spłukać rurkę małą ilością

wody destylowanej. Roztwór w odbieralniku po ochłodzeniu miareczkować 0,5n roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej do żółtego zabarwienia.

Jednocześnie należy przeprowadzić próbę porównawczą w takich samych warunkach, to jest prowadzić destylację w tym samym czasie, wlewając do kolby destylacyjnej 300 ml wody i 50 ml 30-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, ale bez badanego proszku, a do odbieralnika 40 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego.

Zawartość chlorku amonowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,02675 \cdot 100}{G}$$

w którym:

V_1 — objętość 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania 40 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego w próbce porównawczej,

V — objętość 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru 0,5n roztworu kwasu siarkowego,

G — odważka badanego proszku, g,

0,02675 — ilość chlorku amonowego odpowiadająca 1 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą powyżej o 5%.

5.3.3. Oznaczanie zawartości popiołu w substancji nierozpuszczalnej w kwasie solnym

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz. (1,12).
- b) Azotan srebra, roztwór 1-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Około 4 g proszku do rafinacji odważonego z dokładnością do 0,002 g umieścić w zlewce pojemności 100 ml, zwilżyć wodą i dodawać pipetą niewielkimi porcjami około 40 ml kwasu solnego. Zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Otrzymany roztwór przesączyć przez czysty, wysuszony w temperaturze $373 \div 378$ K ($100 \div 105^\circ\text{C}$) i zważony z dokładnością do 0,002 g porcelanowy tygiel do sączenia o gęstości 1 (w przypadku braku tygli porcelanowych do sączenia o gęstości 1 dopuszcza się używanie tygla Goocha). Osad przemywać wodą destylowaną o temperaturze $333 \div 353$ K ($60 \div 80^\circ\text{C}$) aż do chwili, gdy w przesączu po dodaniu kilku kropel roztworu azotanu srebra nie pojawi się osad.

Następnie suszyć tygiel z pozostałością w temperaturze $343 \div 353$ K ($70 \div 80^\circ\text{C}$) tak długo,

aż różnica między dwoma następującymi po sobie ważeniami będzie mniejsza niż 0,001 g. Odważony tygiel wraz z badaną substancją ogrzewać stopniowo, a następnie prażyć nad palnikiem gazowym do chwili, gdy różnica między dwoma następującymi po sobie ważeniami nie będzie mniejsza niż 0,001 g.

Zawartość popiołu w substancji nierozpuszczalnej w kwasie solnym (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(G_3 - G_1) \cdot 100}{G_2 - G_1}$$

w którym:

G_1 — masa tygla pustego, g,

G_2 — masa tygla z substancją nierozpuszczalną w kwasie solnym wysuszoną w temperaturze $343 \div 353$ K ($70 \div 80^\circ\text{C}$), g,

G_3 — masa tygla z pozostałością po wyprażeniu, g.

Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 10%.

5.3.4. Obliczanie zawartości substancji redukującej nierozpuszczalnej w kwasie solnym. Zawartość substancji redukującej nierozpuszczalnej w kwasie solnym (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(G_2 - G_3) \cdot 100}{G}$$

w którym:

G_3 — masa tygla z pozostałością po wyprażeniu z oznaczania wg 5.3.3.2, g,

G_2 — masa tygla z wysuszoną substancją w temperaturze $343 \div 353$ K ($70 \div 80^\circ\text{C}$) z oznaczania wg 5.3.3.2, g,

G — odważka proszku do rafinacji z oznaczania wg 5.3.1.2, g.

5.3.5. Sprawdzenie pozostałości proszku na sicie (przesiewalności)

5.3.5.1. Przyrząd. Sito tkane o oczkach kwadratowych o wymiarach boku oczka $a=2$ mm wg PN-67/M-94001.

5.3.5.2. Wykonanie próby przesiewalności. 50 g proszku do rafinacji stopów odważonego z dokładnością do 0,1 g wysypać na sito i przesiewać przez $15 \div 20$ min.

5.4. Ocena wyników badań. Partię proszku do rafinacji należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania dały wyniki dodatnie.

Partię proszku do rafinacji należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy, jeżeli chociaż jedno z badań dało wynik ujemny.

KONIEC

BG PW
BN. 004732



40000000343087