

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA		BN-75
	Żółcień cynkowa		6046-09
			Zamiast BN-70/6046-09
	Grupa katalogowa 1018		

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest żółcień cynkowa, pigment nieorganiczny o wzorze $4ZnO \cdot 4CrO_3 \cdot K_2O \cdot 3H_2O$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Żółcień cynkowa jest stosowana jako składnik barwiący w wyrobach lakierowych oraz do gruntów antykorozyjnych i na metale lekkie.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości składnika podstawowego oraz zanieczyszczeń wyróżnia się dwa gatunki żółcień oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia żółcień cynkowej gatunku I:

ŻÓLCIEŃ CYNKOWA I BN-75/6046-09 SWW 1311-231

3. WYMAGANIA I BADANIA

3.1. Zestawienie wymagań i metody badań

Wymagania ¹⁾	Gatunki		Metody badań wg
	I	II	
a) Cynku w przeliczeniu na ZnO, %	35 ÷ 41	35 ÷ 42	p. 3.5
b) Soli alkalicznych w przeliczeniu na K ₂ O, %, najwyżej	12		p. 3.6
c) Siarczanów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na SO ₄ , %, najwyżej	0,2		p. 3.7
d) Chlorków rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na Cl, %, najwyżej	0,1	0,2	p. 3.8
e) Azotanów rozpuszczalnych w wodzie przeliczeniu na NO ₃ , %, najwyżej	0,1		p. 3.9 lub p. 3.10

cd. tablicy

Wymagania ¹⁾	Gatunki		Metody badań wg
	I	II	
f) Chromianów rozpuszczalnych w wodzie, g, CrO ₃ /100 cm ³ wyciągu wodnego	0,06 ÷ 0,15		p. 3.11
g) Substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego, %, najwyżej	0,5	0,8	p. 3.12
h) Wilgotność, %, najwyżej	1,0		PN-80/C-04401 p. 2.4
i) Liczba olejowa	15 ÷ 35		PN-80/C-04401 Metoda A
j) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %, najwyżej	0,5		PN-80/C-04401 p. 2.3.4, stosując naważkę 10 g
k) Intensywność i odcień barwy	wg uzgodnienia między dostawcą i odbiorcą		PN-80/C-04401

¹⁾ Wartości liczbowe wyników analiz zaokrąglić zgodnie z PN-70/N-02120.

3.2. Program badań. Ustala się dwa rodzaje badań: badania pełne oraz badania niepełne.

Badania pełne polegają na sprawdzeniu zgodności z wszystkimi wymaganiami wymienionymi w 3.1.

Badania niepełne polegają na sprawdzeniu zgodności z wymaganiami dotyczącymi:

- cynku,
- soli alkalicznych,
- chlorków rozpuszczalnych w wodzie,
- chromianów rozpuszczalnych w wodzie,
- substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego,
- wilgotności,
- pozostałości na sicie,
- intensywności i odcienia barwy.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przedsiębiorstw Farb i Lakierów
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farb i Lakierów dnia 18 czerwca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1975 poz. 82)

Badania pełne należy wykonać w przypadku badań rozjemczych, przy kontroli okresowej, która powinna być wykonywana raz na kwartał, oraz przy każdej zmianie surowców lub technologii.

Badaniom niepełnym należy poddać każdą partię żółcieni cynkowej.

3.3. Wielkość partii. Partię stanowi żółcień cynkowa jednego gatunku przedstawiona do odbioru przez producenta, o masie nie przekraczającej 5000 kg.

3.4. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej zgodnie z PN-75/C-04400. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

3.5. Oznaczanie zawartości cynku w przeliczeniu na ZnO

3.5.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu próbki w kwasie siarkowym, zobojętnieniu roztworu amoniakiem i miareczkowaniu roztworem wersenianu dwusodowego w środowisku buforu octanowego.

3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy (EDTA-Na) roztwór 0,05 mol/l: 18,612 g wersenianu dwusodowego cz.d.a. odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić na gorąco w wodzie, roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą do kreski.

b) Wzorcowy roztwór cynku 0,05 mol/l: 3,2690 g metalicznego cynku cz.d.a. rozpuścić w wysokiej zlewce pojemności 250 cm³ w roztworze kwasu solnego (1 + 1), a następnie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełniając wodą destylowaną do kreski.

c) Bufor octanowy (pH = 6,0 ÷ 6,1): 80,0 g octanu sodowego bezwodnego lub 133,0 g octanu sodowego trójwodnego odważonego z dokładnością do 0,1 g rozpuścić w wodzie destylowanej, dodać 1,6 cm³ kwasu octowego lodowatego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³.

d) Kwas siarkowy cz. roztwór 1 + 5.

e) Kwas solny cz. roztwór 1 + 1.

f) Oranż ksylenolowy: 1 g oranżu ksylenolowego rozetrzeć dokładnie w moździerzu ze 100 g chlorku sodowego cz.d.a.

g) Amoniak cz. roztwór 10-procentowy.

3.5.3. Oznaczanie miana wersenianu dwusodowego. Odmierzyć biuretą 20 cm³, 0,05 mol/l wzorcowego roztworu cynku do kolby stożkowej pojemności 200 ÷ 300 cm³ splukując ścianki wodą z tryskawki, dodać 20 cm³ buforu octanowego, szczyptę oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z fioletoworóżowej na cytrynowożółtą.

Miano wersenianu dwusodowego (M_1) w przeliczeniu na ZnO obliczyć wg wzoru

$$M_1 = \frac{20 \cdot 81,38 \cdot 0,05}{1000 \cdot V} = \frac{0,08138}{V}$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego, cm³,

81,38 — masa cząsteczkowa tlenku cynkowego (ZnO), g.

3.5.4. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanej żółcieni cynkowej odważonej z dokładnością do 0,0002 g

rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski. Pobrać pipetą 50 cm³ roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać około 50 cm³ wody, zobojętnić roztworem amoniaku do wystąpienia nieznacznego zmętnienia roztworu. Następnie dodać kilka kropli kwasu solnego do zniknięcia zmętnienia, 20 cm³ buforu octanowego, niewielką ilość oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy czerwono-pomarańczowej na ciemnożółtą. Pod koniec miareczkowania wersenian dodawać kroplami, gdyż zmiana zabarwienia następuje po jednej kropli.

Zawartość cynku w przeliczeniu na ZnO (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot M_1 \cdot 10 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość zużytego wersenianu dwusodowego, cm³,

M_1 — miano wersenianu dwusodowego w przeliczeniu na ZnO,

m — masa żółcieni cynkowej, g.

3.5.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3 %.

3.6. Oznaczanie zawartości soli alkalicznych w przeliczeniu na K₂O

3.6.1. Zasada oznaczania polega na rozłożeniu żółcieni cynkowej przez ogrzewanie w temperaturze około 600 °C, wymyciu rozpuszczalnych chromianów gorącą wodą, zredukowaniu ich jodkiem potasowym i odmiareczkowaniu wydzielonego jodu tiosiarczanem sodowym.

3.2.6. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1 + 1.

c) Skrobia, roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany.

d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a. roztwór 0,05 mol/l

e) Wodorowęglan sodowy cz.d.a.

3.6.3. Wykonanie oznaczania. Około 1 g żółcieni cynkowej odważyć z dokładnością do 0,0002 g w uprzednio wysuszonym i zważonym z tą samą dokładnością tygłu porcelanowym, po czym prażyć w temperaturze około 600 °C przez 1 h i ostudzić. Zawartość tygła przenieść ilościowo do zlewki pojemności 250 cm³ i wymyć rozpuszczalne chromiany gorącą wodą przez kilkakrotną dekantację. Następnie zawartość zlewki przesączyć do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, osad przemyć gorącą wodą do zaniku chromianów. Przesączone połączyć, dodać roztworu kwasu solnego, aż do zmiany barwy z żółtej na pomarańczową. Dodać 15 cm³ roztworu kwasu solnego, około 2 g wodorowęglanu sodowego i 10 cm³ roztworu jodku potasowego. Kolbę zamknąć korkiem szklanym, zawartość starannie wymieszać i pozostawić na 5 ÷ 10 min w miejscu zaciemnionym. Następnie zawartość kolby miareczkować roztworem tiosiarczanu w obecności 5 cm³ roztworu skro-

bi, aż do wystąpienia jasnozielonej barwy bez niebieskiego odcienia. W czasie miareczkowania roztwór energicznie mieszać.

Zawartość soli alkalicznych w przeliczeniu na K_2O (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00313 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość 0,05 mol/l roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3

0,00313 — ilość tlenu potasowego K_2O odpowiadająca 1 cm^3 , 0,05 mol/l tiosiarczanu sodowego, g,

m — masa żółceni cynkowej, g.

3.6.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się od siebie nie więcej niż o 0,2 %.

3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na SO_4

3.7.1. Zasada oznaczania polega na sporządzeniu ekstraktu wodnego żółceni cynkowej, redukcji zawartych w nim chromianów, wytrąceniu osadu siarczanu barowego i oznaczaniu go metodą wagową.

3.7.2. Aparatura i przyrządy. Wyrząsarka laboratoryjna.

3.7.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a. roztwór 5-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

c) Alkohol etylowy cz.d.a.

3.7.4. Wykonanie oznaczania. 30 g żółceni cynkowej, odważonej z dokładnością do 0,1 g umieścić w kolbie stożkowej, dodać 300 cm^3 wody i wytrząsać w temperaturze pokojowej na wyrząsarce laboratoryjnej w ciągu 1 h. Roztwór przesączyć przez twardy sączek i pobrać 50 cm^3 przesączu (resztę przesączu pozostawić do dalszych badań wg 3.8, 3.9, 3.10 i 3.11), przenieść do kolby, dodać 3 cm^3 kwasu solnego oraz kilka cm^3 alkoholu etylowego. Roztwór gotować w celu redukcji chromianów, aż do otrzymania zielonego zabarwienia. Podczas gotowania roztworu należy zwracać uwagę na uniknięcie strat, gdyż następuje gwałtowne ulatnianie związków organicznych. Następnie wprowadzać kroplami roztwór chlorku barowego, aż do niewielkiego nadmiaru. Powstały siarczan barowy pozostawić przez noc, oddzielić od roztworu przez sączenie na twardym sączku, przemyć ciepłą wodą do zaniku jonów chlorkowych w przesączu, prażyć w temperaturze około 800 °C do stałej masy i po ostudzeniu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,001 g. W przypadku stwierdzenia żółtego zabarwienia osadu, co świadczy o niecałkowitym zredukowaniu się chromianów, oznaczanie należy powtórzyć na nowej odważce badanego pigmentu. Zawartość siarczanów rozpuszczalnych w wodzie (X_3) w przeliczeniu na SO_4 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 6 \cdot 0,4111 \cdot 100}{30}$$

w którym:

m_1 — pozostałość po prażeniu, g,

0,4111 — współczynnik przeliczeniowy $BaSO_4$ na SO_4 ,

30 — odważka żółceni cynkowej, g.

3.7.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

3.8. Oznaczanie zawartości chlorków rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na Cl

3.8.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu chlorków za pomocą azotanu srebrowego w obecności chromianu potasowego jako wskaźnika.

3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Chromian potasowy cz.d.a. roztwór 5-procentowy.

b) Azotan srebrowy cz.d.a., roztwór 0,1 mol/l.

3.8.3. Wykonanie oznaczania. Do 50 cm^3 klarownego przesączu otrzymanego wg 3.7 dodać 1 cm^3 roztworu chromianu potasowego. Do roztworu dodawać powoli roztwór azotanu srebrowego, aż do wystąpienia słabego, czerwono-brązowego zabarwienia, przy jednoczesnym silnym mieszaniu zawartości kolby. Następnie wykonać ślepą próbę, stosując 50 cm^3 wody i miareczkować roztworem azotanu srebrowego wobec 1 cm^3 roztworu chromianu potasowego, aż do wystąpienia identycznego zabarwienia roztworu, jak w badanej próbce. Przy porównywaniu roztworów należy zwracać uwagę na opalescencje i zmęczenie.

Zawartość chlorków rozpuszczalnych w wodzie (X_4) w przeliczeniu na Cl obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{0,00354 \cdot (V_1 - V_0) \cdot 6 \cdot 100}{30}$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania próbki badanej, cm^3 ,

V_0 — objętość roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbce, cm^3 ,

30 — odważka żółceni cynkowej, g,

0,00354 — ilość Cl odpowiadająca 1 cm^3 , 0,1 mol/l roztworu azotanu srebrowego, g.

3.8.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

3.9. Oznaczanie zawartości azotanów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na NO_3 (metoda A)

3.9.1. Zasada oznaczania polega na utworzeniu kompleksu azotanu z mieszaniną kwasów siarkowego i salicylowego oraz pomiarze ekstynkcji roztworu przy długości fali 410 nm.

3.9.2. Aparatura i przyrządy

a) Fotokolorymetr z pełnym wyposażeniem.

b) Pehametr.

3.9.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) i roztwór 1 + 7.

b) Alkohol etylowy cz.d.a.

c) Salicylan sodowy cz.d.a., roztwór 5 g/dm³, świeżo^o przygotowany.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory 25-procentowy i 15-procentowy.

e) Wzorcowe roztwory azotanu.

Roztwór A. 0,163 g azotanu potasowego cz.d.a. uprzednio wysuszonego w 120 °C rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić do kreski i wymieszać. 10 cm³ tego roztworu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,1 mg NO₃.

Roztwór B. 20 cm³ roztworu wzorcowego A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,02 mg NO₃.

3.9.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 7 zlewek pojemności 100 cm³ dodawać kolejno: 1,0 2,0, 3,0, 4,0 cm³ wzorcowego roztworu A, 2,0 4,0 i 5,0 cm³ wzorcowego roztworu B oraz po 1,0 cm³ roztworu salicylanu sodowego. Roztwór odparować do sucha i zlewki ochłodzić w eksykatorze. Pozostałość w zlewkach zwilżyć 1 cm³ kwasu siarkowego (1,84), po 10 min rozpuścić w wodzie i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³. Dodać 10 cm³ 25-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, ochłodzić do temperatury pokojowej, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwory przenieść do kuwety odpowiedniej grubości i wykonać pomiar ekstynkcyjny. Jako roztwór porównawczy stosować wodę. Z uzyskanych wartości ekstynkcyjnej wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wielkość ekstynkcyjną, a na osi odciętych odpowiadające im zawartości azotanów w mg.

3.9.5. Wykonanie oznaczenia. Do 50 cm³ klarownego przesącza otrzymanego wg 3.7 dodać 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1 + 7) i 2 cm³ alkoholu etylowego. Roztwór gotować w celu redukcji chromianów, aż do otrzymania zielonego zabarwienia. Podczas gotowania roztworu należy zwracać uwagę na uniknięcie strat, gdyż następuje gwałtowne uwalnianie związków organicznych. Po ochłodzeniu roztwór zalkalizować 15-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego i ponownie ochłodzić. Sprawdzić za pomocą pehametru pH roztworu, które powinno wynosić 8,0 ± 0,5 i ewentualnie skorygować. Roztwór przesączyć przez twardy sączek, przemywając go gorącą wodą. Przesącz i wodę przemywającą połączyć ze sobą, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 10 cm³ otrzymanego roztworu umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 1 cm³ roztworu salicylanu sodowego i postępować dalej wg 3.9.4.

Zawartość azotanów rozpuszczalnych w wodzie (X₅) w przeliczeniu na NO₃ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a \cdot 25 \cdot 6 \cdot 100}{30 \cdot 1000}$$

w którym:

a — zawartość azotanów odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

30 — odważka żółcieni cynkowej, g.

3.9.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

3.10. Oznaczanie zawartości azotanów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na NO₃ (metoda B)

3.10.1. Zasada oznaczania polega na redukcji azotu azotanowego i przeprowadzeniu go w barwny kompleks z odczynnikiem Nesslera, a następnie kolorymetrycznym oznaczeniu.

3.10.2. Aparatura i przyrządy

a) Aparat destylacyjny.

b) Cylindry Nesslera.

3.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Stop Devardy, sproszkowany.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 20-procentowy.

c) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

d) Chlorek amonowy cz.d.a. roztwór 0,00172-procentowy.

e) Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.28.

3.10.4. Wykonanie oznaczenia. 50 cm³ klarownego przesącza otrzymanego wg 3.7 umieścić w kolbie destylacyjnej i rozcieńczyć wodą do 150 cm³. Dodać 3 g stopu Devardy oraz 30 cm³ 20-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, po czym aparat destylacyjny natychmiast złożyć. Do odbieralnika wlać 2 cm³ kwasu solnego i 30 cm³ wody.

Rozpocząć powolne ogrzewanie kolby destylacyjnej, aż do rozpoczęcia reakcji, którą poprzez zmianę ogrzewania prowadzić z taką szybkością, aby destylację zakończyć w ciągu około 30 min. Po uzyskaniu około 70 cm³ destylatu, ochłodzić odbieralnik wodą do temperatury pokojowej. Destylat uzupełnić wodą do 250 cm³ i wymieszać. 5 cm³ roztworu przenieść do cylindra Nesslera i dodać 1 cm³ roztworu Nesslera. Równocześnie do drugiego cylindra wlać 1 cm³ roztworu Nesslera, a z biurety tyle cm³ 0,00172-procentowego roztworu chlorku amonowego, aby zabarwienie roztworów w obu cylindrach było jednakowe. Następnie wykonać w ten sam sposób ślepa próbę używając 50 cm³ filtratu otrzymanego wg 3.7, nie dodając stopu Devardy.

Zawartość azotanów rozpuszczalnych w wodzie (X₆) w przeliczeniu na NO₃ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{(V_1 - V_0) \cdot 0,00002 \cdot 50 \cdot 6 \cdot 100}{30}$$

w którym:

V₁ — objętość roztworu chlorku amonowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

V₀ — objętość roztworu chlorku amonowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbie, cm³,

0,00002 — ilość NO₃ odpowiadająca 1 cm³ 0,00172-procentowego roztworu chlorku amonowego, g,

30 — odważka żółcieni cynkowej, g.

3.10.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią

arytmetyczną wyników, co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

3.11. Oznaczanie chromianów rozpuszczalnych w wodzie

3.11.1. Zasada oznaczania polega na redukcji jonów chromianowych jodkiem potasowym i odmiareczkowaniu wydzielonego jodu roztworem tiosiarczanu sodowego.

3.11.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1 + 1.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,05 mol/l.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany.

3.11.3. Wykonanie oznaczania. Do 50 cm³ klarownego przesączu otrzymanego wg 3.7 dodać 50 cm³ wody, 15 cm³ roztworu kwasu solnego oraz 10 cm³ roztworu jodku potasowego. Kolbę zamknąć korkiem szklanym, zawartość starannie wymieszać i pozostawić na 5 ÷ 10 min w miejscu zaciemnionym. Następnie zawartość kolby miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności 5 cm³ roztworu skrobi, aż do wystąpienia jasnozielonej barwy bez niebieskiego odcienia. W czasie miareczkowania roztwór energicznie mieszać.

Zawartość chromianów rozpuszczalnych w wodzie (X_7) obliczyć w gramach CrO₃/100 cm³ wyciągu wodnego wg wzoru

$$X_7 = V \cdot 0,003333 \cdot 2$$

w którym:

- V — objętość 0,05 mol/l roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
0,003333 — ilość bezwodnika kwasu chromowego odpowiadająca 1 cm³ 0,05 mol/l tiosiarczanu sodowego, g.

3.11.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

3.12. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego

3.12.1. Odczynniki i roztwory. Amoniakalny roztwór chlorku amonowego przygotowany przez rozpuszczenie 30 g chlorku amonowego cz.d.a. w mieszaninie 500 cm³ amoniaku cz.d.a. (0,88) i 600 cm³ wody.

3.12.2. Wykonanie oznaczania. Około 5 g żółci cynkowej uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105 °C i zważonej z dokładnością do 0,001 g wytrząsać w ciągu 1 h w temperaturze pokojowej ze 100 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku amonowego. Zawartość kolby pozostawić na 30 min do opadnięcia osadu, po czym roztwór zdekantować przez uprzednio wysuszony do stałej masy szklany sączek Schotta G5. Do osadu dodać 100 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku amonowego, wytrząsać 5 min i zawiesinę przesączyć przez sączek Schotta G5. Osad prze-

nieść na sączek za pomocą pręcika szklanego z gumką do końca oraz niewielkiej ilości amoniakalnego roztworu chlorku amonowego. Ścianki sączka i osad przemyć 25 cm³ wody i sączek wraz z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 ± 2 °C.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m — masa żółci cynkowej, g,
 m_1 — masa osadu, g.

3.12.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10 % wyniku mniejszego.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Żółcień cynkową należy pakować w czterowarstwowe worki papierowe z przekładką bitumiczną zgodnie z PN-76/P-79005. Worki powinny być otwarte, klejone lub szyte o wymiarach i sposobie zamknięcia zgodnych z PN-82/O-79027, pojemności 50 lub 35 kg. Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania, nie gorszy jednak niż wyżej wymieniony i zgodny z odpowiednim szeregiem wymiarowym opakowań.

Na każdym opakowaniu powinien być umieszczony napis, zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- znak niebezpieczeństwa zgodnie z PN-85/O-79252

rys. 9.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesunięciem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Żółcień cynkową należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i suchych, z dala od środków żywnościowych.

4.4. Transport. Żółcień cynkową należy przewozić krytymi środkami transportu. Worki należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu, a ewentualnie luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym lub w inny sposób tak, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem. Występujące wewnątrz środka transportu śruby, haki, gwoździe i inne ostre części powinny być usunięte lub zabezpieczone tak, aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu.

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Górniczo-Chemiczne, Złoty Stok.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6046-09

a) wprowadzono parametry: siarczany, chlorki, azotany i chromiany rozpuszczalne w wodzie oraz części nierozpuszczalne w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego.

b) wyeliminowano następujące parametry: zawartość chromianów w przeliczeniu na CrO_3 , substancje nierozpuszczalne w kwasie octowym, czystość barwy,

c) zmieniono wartość parametrów: liczba olejowa i wilgotność,

d) wprowadzono podział badań na pełne i niepełne,

e) dostosowano sposób oznaczania soli alkalicznych do zalecenia ISO,

f) zmieniono treść punktu „Pakowanie” rozszerzając możliwość stosowania innych opakowań (kontenerów).

3. Normy i dokumenty związane

PN-75/C-04400 Pigmenty. Pobieranie i przygotowanie próbek

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych

PN-82/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Główne wymiary

PN-85/O-97252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

Pozostałe normy związane podano w tablicy.

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i Z.K. nr 20 poz. 84 z 1968 r.). Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U.PRL nr 35 poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji towarowej. Załącznik 4 do umowy SMGS (Dz.T. i Z.K. nr. 7 poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych — RID. Załącznik 1 do Konwencji CIM (Dz. U. PRL nr. 21 poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

Anglia BS 282.389/1963 Specifications for lead chromes and zinc chromes for paints

RFN DIN 55902 Pigmente. Zinkchromat-Pigment. Technische Lieferbedingungen

ISO R 1249-1970 Zinc chromate pigments. Basic zinc potassium chromate pigments and zinc tetrahydroxy chromate pigments

RWPG PC 2088-69 Pigменты неорганические. Хроматы цинка

5. Autor projektu normy — mgr inż. Andrzej Król — Zakłady Górniczo-Chemiczne, Złoty Stok.

6. Wydanie 3 — stan aktualny: wrzesień 1985 — uaktualniono normy związane oraz wprowadzono zmianę 1 — Biuletyn PKNMiJ nr 11—12/1980.