

SUROWCE SZKLARSKIE	N O R M A B R A N Ż O W A						BN-80	
	Szklarskie surowce						6811-01	
	Piaski szklarskie						Zamiast BN-74/6811-01	
	Wymagania i metody badań						Grupa katalogowa 0810	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są wymagania i metody badań dotyczące piasków szklarskich stosowanych jako surowiec podstawowy do wytapiania mas szklarskich.

1.2. Zakres stosowania normy. Norma powinna być stosowana przez producentów i odbiorców piasków szklarskich oraz przez laboratoria zajmujące się badaniami piasków szklarskich oraz surowców na piaski szklarskie.

2. WYMAGANIA

2.1. Klasyfikacja piasków szklarskich. W zależności od zawartości składnika podstawowego (SiO_2) i zanie-

czyszczeń (Fe_2O_3 , TiO_2 , Al_2O_3 , CaO , SO_3) rozróżnia się klasy piasków szklarskich — wg tabl. 1.

Inne, nie podane w tabl. 1 składniki piasku szklarskiego, np. tlenki barwiące (CuO , CoO , NiO , MnO , Cr_2O_3), dopuszczalne są w ilości uzgodnionej pomiędzy dostawcą i odbiorcą.

W przypadku żądania odbiorcy, produkcja piasków o specjalnych właściwościach, nie uwzględnionych w normie, może nastąpić na podstawie porozumienia pomiędzy dostawcą i odbiorcą. Piasek taki traktuje się wówczas jako „piasek do celów specjalnych”, nie podlegający postanowieniom normy i ustalonym cenom.

Piasek w stanie wysuszonym nie powinien zawierać więcej niż 1% wilgoci.

2.2. Dopuszczalny rozrzut zawartości głównych składników dla klas piasków 3 ÷ 6 — wg tabl. 2.

Tablica 1

Klasa piasku	Zawartość, %							
	SiO_2 min	Fe_2O_3 max	TiO_2 max	Al_2O_3 max	CaO max	SO_3 max	Na_2O	K_2O
Sp	99,5	0,006	0,02	0,15	0,1	0,01	nie okre- śla się	nie okre- śla się
1	99,5	0,010	0,02	0,20	0,1	0,01		
1a	99,4	0,015	0,03	0,30	0,1	0,01		
2	99,3	0,020	0,05	0,40	0,1	0,01		
3	98,5	0,030	0,08	0,80	0,2	0,02		
4	98,5	0,050	0,08	0,80	0,2	0,02		
5	97,5	0,080	0,10	0,80	0,3	0,05		
6	95,0	1,000	0,20	3,50	1,5	0,15		

Tablica 2

Klasa piasku	Dopuszczalny rozrzut, %					
	SiO_2	Fe_2O_3	TiO_2	Al_2O_3	CaO	SO_3
3	±0,2	±0,005	±0,02	±0,1	±0,05	±0,005
4	±0,3	±0,008	±0,02	±0,1	±0,05	±0,005
5	±0,5	±0,010	±0,03	±0,2	±0,10	±0,020
6	±0,6	±0,020	±0,05	±0,3	±0,10	±0,020

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Szklarskiego i Ceramicznego VITROCER dnia 9 lipca 1980 r.
jako norma obowiązująca od 1 października 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 16/1980, poz. 62)

Dopuszczalne granice rozrzutu dotyczą przeciętnych zawartości SiO₂ i innych składników wymienionych w tabl. 2, w poszczególnych partiach i kolejnych dostawach piasku.

2.3. Uziarnienie. Dopuszcza się uziarnienie piasków szklarskich w dwóch składach ziarnowych:

- uziarnienie specjalne,
- uziarnienie podstawowe (odmiana A i B).

Dopuszczalny udział poszczególnych frakcji w powyższych składach ziarnowych piasku, podano w tabl. 3.

Tablica 3

Frakcja ziarnowa mm	Zawartość frakcji, %		
	uziarnienie specjalne	uziarnienie podstawowe	
		A	B
powyżej 1,000	0,0	0,0	0,0
1,000 ÷ 0,500	0,0	≤ 3,0	≤ 3,0
0,500 ÷ 0,315	≤ 3,0	≥ 94,0	≥ 92,0
0,315 ÷ 0,100	≥ 95,0	≥ 94,0	≥ 92,0
0,100 ÷ 0,063	≤ 2,0	≤ 2,5	≤ 4,5
poniżej 0,063	≤ 0,2	≥ 0,5	≤ 0,5

Piaski o odmiennym uziarnieniu, mogą być dostarczane na podstawie uzgodnień pomiędzy dostawcą i odbiorcą.

2.4. Przykład oznaczenia

a) piasku szklarskiego, klasy I, o uziarnieniu podstawowym A:

PIASEK SZKLARSKI I-A BN-80/6811-01

b) piasku szklarskiego, klasy specjalnej, o uziarnieniu specjalnym:

PIASEK SZKLARSKI Sp, uziarn. specj. BN-80/6811-01

2.5. Świadczenie jakości. Do każdej dostawy piasku szklarskiego powinno być dołączone świadectwo jakości zawierające następujące dane:

- nazwę i adres producenta,
- datę wystawienia świadectwa,
- oznaczenie wg 2.4,
- wielkość partii wraz z numerem wagonu lub wagonów,
- podstawowe wyniki badań (skład ziarnowy, skład chemiczny: SiO₂, Fe₂O₃, TiO₂, Al₂O₃) oraz wilgotność dla piasków suszonych.

3. PAKOWANIE I TRANSPORT

Piaski klasy specjalnej, klasy I i klasy Ia, należy przewozić w stanie wysuszonym w workach 50 kg lub w zamkniętych kontenerach.

Do przewożenia piasku w workach należy stosować wagony zabezpieczające przed zawilgoceniem.

Piaski nie suszone należy przewozić w odkrytych środkach transportu. Może nastąpić szczegółowe uzgodnienie pomiędzy dostawcą i odbiorcą na dostawę piasku nie suszonego w specjalnych środkach transportu z indywidualnym zabezpieczeniem ładunku.

4. METODY BADAŃ

4.1. Rodzaje i zakres stosowania metod — wg tabl. 4.

Tablica 4

Rodzaj badania	Metoda	Zakres metod % składnika
1	2	3
Wilgotność	wagowa	dla wszystkich wartości
Uziarnienie	suche przesiewanie przesiewanie na mokro	wg 4.4 dla wszystkich zakresów
Strata prażenia	wagowa	dla wszystkich wartości
SiO ₂	wagowa	90 ÷ 100
TiO ₂	kolorymetryczna	0,002 ÷ 0,2
Fe ₂ O ₃	kolorymetryczna z kwasem sulfosalicylowym	0,2 ÷ 1
	kolorymetryczna z o-fenantroliną	0,005 ÷ 0,2
Al ₂ O ₃	kompleksometryczna, miareczkowanie	0,5 ÷ 6
	kolorymetryczna	poniżej 0,5
CaO	kompleksometryczna, miareczkowanie	0,2 ÷ 2
	kolorymetryczna	poniżej 0,2
Na ₂ O	fotometrii płomieniowej	0,002 ÷ 2
K ₂ O	fotometrii płomieniowej	0,002 ÷ 2
SO ₃	wagowa	0,01 ÷ 1

4.2. Pobieranie i przygotowywanie próbek do badań

4.2.1. Pobieranie próbek piasków dostarczonych w workach. W zależności od liczności partii należy pobrać losowo liczbę worków podaną w tabl. 5. Z każdego wylosowanego worka pobrać próbnikiem 15, wg PN-74/C-60008, trzy próbki o łącznej masie 1,5 kg, która stanowi próbkę pierwotną. Pobrane łącznie z wytypowanych worków materiał stanowi próbkę ogólną z partii piasku.

Tablica 5

Liczba worków w partii	Liczba worków, które należy wybrać do pobierania próbek
0 ÷ 250	5
251 ÷ 500	9
501 ÷ 1000	14
1001 ÷ 2000	22

4.2.2. Pobieranie próbek piasków dostarczonych luzem w wagonach. Zależnie od ilości wagonów w partii należy wybrać losowo do badań liczbę wagonów podaną w tabl. 6 i z każdego wybranego wagonu pobrać próbnikiem 15 pięć próbek pierwotnych z różnych miejsc wagonu.

Pobrane w ten sposób materiał z różnych wagonów stanowi łącznie próbkę ogólną partii piasku.

Tablica 6

Liczba wagonów w partii	Liczba wagonów, z których pobiera się próbki
do 10	3
11 ÷ 25	4
powyżej 25	5

W przypadku stosowania innych środków transportu, pobieranie próbek reguluje wewnętrzna instrukcja odbiorcy.

4.2.3. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.

Pobraną próbkę ogólną, zgodnie z 4.2.1 lub 4.2.2, zsypać na czystym suchym miejscu, zmieszać i pobrać próbkę do oznaczania wilgotności. Jeżeli piasek dostarczono w stanie wysuszonym, zsypać próbkę ogólną, zwilżyć wodą destylowaną i dopiero wtedy mieszać ją przez usypywanie stożka. Piasek zmieszać dokładnie przez 3-5-krotne usypywanie z niego stożka, każdorazowo w innym miejscu. Ostatni uformowany stożek rozplaszczyc, podzielić go na 4 części symetryczne, z których dwie przeciwległe odrzucić. Z pozostałych części uformować nowy stożek. W ten sposób postępując zmniejszyć próbkę ogólną do wielkości około 2 kg. Tak otrzymaną średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie równe części i umieścić w słoikach z doszlifowanym korkiem lub w szczelnych woreczkach igelitowych.

Nасыpywanie piasku do słoików lub woreczków wykonać małymi porcjami, które umieścić po kolei w każdym słoiku lub woreczku, aby zapewnić identyczność próbek. Jedna część próbki jest przeznaczona dla dostawcy, druga do analizy kontrolnej lub rozjemczej. Na opakowaniu każdej części próbki laboratoryjnej umieścić odpowiedni napis, określający pobrany materiał.

4.2.4. Przygotowanie próbek do badań

4.2.4.1. Przygotowanie próbki do oznaczania wilgotności. Próbkę do oznaczania wilgotności pobiera się w potrzebnej ilości przed nawilżeniem próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 4.2.3.

4.2.4.2. Przygotowanie próbki do oznaczania uziarnienia. Odważyć około 180 ÷ 200 g próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 4.2.3, rozłożyć cienką warstwą w kuwecie lub parownicy porcelanowej i suszyć w suszarce w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Suszenie można przeprowadzać również pod promiennikiem podczerwieni.

4.2.4.3. Przygotowanie próbki do oznaczeń chemicznych. Odważyć około 30 g próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 4.2.3, rozetrzeć w moździerzu agatowym lub agalitowym do wielkości ziarna około 0,08 mm i wysuszyć do stałej masy.

4.3. Oznaczanie wilgotności

4.3.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g próbki laboratoryjnej wg 4.2.3, z dokładnością do 0,01 g, do uprzednio wysuszonego i zważonego naczynka wagowego i wysuszyć w suszarce w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

4.3.2. Obliczanie wyników. Zawartość wilgotności (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m + m_1) - m_2}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m — odważka próbki przed suszeniem, g,

m_1 — masa naczynka wagowego, g,

m_2 — masa naczynka z piaskiem po wysuszeniu, g,

4.3.3. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 5% wyniku mniejszego.

4.3.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników zgodnych z 4.4.3.

4.4. Oznaczanie uziarnienia

4.4.1. Oznaczanie uziarnienia za pomocą przesiewania na sucho

4.4.1.1. Wykonanie oznaczania. Metodę przesiewania na sucho należy stosować jako metodę do sprawdzania uziarnienia piasków szklarskich, sklasyfikowanych wg tabl. 1, w następujący sposób: około 100 g próbki, przygotowanej wg 4.2.4.2, odważyć z dokładnością do 0,01 g i następnie przesiewać przez 30 min na wytrząsarce mechanicznej stosując komplet sit laboratoryjnych tkanych, zgodnie z wymaganiami wg tabl. 3.

Sprawdzić zakończenie przesiewania. Po przesianiu przenieść materiał z poszczególnych sit do przygotowanych pojemników i zważyć go z dokładnością do 0,01 g.

4.4.1.2. Obliczanie wyników. Odsiew i przesiew ziarn (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa odsiewu lub przesiewu, g,

m — odważka próbki, g,

4.4.1.3. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 15% wyniku mniejszego.

4.4.2. Oznaczanie uziarnienia za pomocą przesiewania na mokro

4.4.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie uziarnienia za pomocą przesiewania na mokro należy stosować przy badaniach surowców na piaski szklarskie oraz innych specjalnych przypadkach, kiedy wymagane jest specjalnie dokładne oznaczenie frakcji najdrobniejszych w surowcu lub produkcie. Oznaczanie uziarnienia — za pomocą zestawu sit laboratoryjnych, w specjalnym urządzeniu do przesiewania.

Urządzenie do przesiewania umożliwia równoczesne przemywanie wodą przesianego materiału w kierunku od sita górnego do sita dolnego.

Denko zestawu sit jest zaopatrzone w wylew umożliwiający zbieranie najdrobniejszego przesiewu łącznie z wodą płuczącą.

4.4.2.2. Urządzenie

- a) Specjalne urządzenie do dyspergowania próbek.
- b) Specjalne urządzenie do przesiewania na mokro (np. Fritsch analysette-3, Deurer lub krajowe typu LPzE).

4.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Około 70 g próbki piasku lub surowca, przygotowanej wg 4.2.4.2, odważyć z dokładnością do 0,01 g do parownicy porcelanowej, dodać 100 ml wody, nawilżyć w ten sposób przez 5 min, mieszając od czasu do czasu przecikiem szklanym.

Zawiesinę piasku z wodą spłukać ilościowo do pojemnika urządzenia dyspergującego, uzupełnić objętość do około 300 ml i włączyć mieszadło tego urządzenia. Przeprowadzać mieszanie próbki w urządzeniu dyspergującym przez 15 min. Włączyć mieszadło urządzenia dyspergującego. Opłukać mieszadło wodą destylowaną. Położyć na każde sito w zestawie po 2 kulki gumowe w celu ułatwienia przesiewania.

Zawiesinę piasku z wodą spłukać na górne sito zestawu sit, umieszczonego w przyrządzie do przesiewania na mokro, nałożyć głowicę doprowadzającą wodę, włączyć płuczkę i uruchomić przesiewacz.

Przesiewanie prowadzić przez 20 min, zbierając drobny przesiew do wiaderka. Sprawdzić dokładność wypłukania części drobnego piasku, pobierając nieco wody płuczącej spod dolnego sita do szklanej zlewki. Woda w zlewce nie powinna zawierać widocznych części stałych ani wykazywać opalizacji. Wyłączyć wodę płuczącą i przesiewacz.

Przenieść ilościowo przez spłukiwanie materiał z poszczególnych sit do parowniczek porcelanowych, zdekantować nadmiar wody.

Materiał w parowniczkach wysuszyć do stałej masy.

Zważyć materiał w poszczególnych parowniczkach z dokładnością do 0,01 g.

4.4.2.4. Obliczanie wyników. Odsiew i przesiew ziarna (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m_1 — masa odsiewu lub przesiewu, g,
- m — odważka próbki, g.

4.4.2.5. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 15% wyniku mniejszego.

4.4.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników wg 4.4.2.5.

4.5. Oznaczanie straty masy przy prażeniu

4.5.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na prażeniu odważonej próbki piasku w temperaturze 1000°C (1273 K), do stałej masy.

4.5.2. Wykonanie oznaczania. W parownicy platynowej odważyć 5 g wysuszonej i rozdrobnionej próbki piasku. Wstawić parownicę do pieca i podnieść stopniowo temperaturę do 1000°C i przetrzymać próbkę

w tej temperaturze przez godzinę. Po tym czasie przenieść parownicę do eksykatora i po ostudzeniu (30 min) zważyć.

Prażenie w 1000°C powtórzyć do uzyskania stałej masy próbki.

Z różnicy mas próbki przed i po prażeniu obliczyć w procentach stratę masy w czasie prażenia.

4.5.3. Obliczanie wyników. Stratę masy przy prażeniu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m + m_1) - m_2}{m} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

- m — odważka próbki przed prażeniem, g,
- m_1 — masa parownicy, g,
- m_2 — masa parownicy z próbka po prażeniu, g.

4.5.4. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10% wyniku mniejszego.

4.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.5.4.

4.6. Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO₂)

4.6.1. Oznaczanie krzemionki bez stapiania

4.6.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na odpędzeniu krzemionki z kwasem fluorowodorowym w obecności kwasu siarkowego oraz określeniu zawartości SiO₂ z różnicy masy próbki przed i po działaniu kwasu fluorowodorowego. Oznaczanie krzemionki w piaskach zawierających 99% SiO₂ lub więcej należy wykonywać metodą opisaną w 4.6.1. W przypadku niższych zawartości krzemionki w piaskach szklarskich klasy 3 ÷ 6, należy sprawdzić, czy w danym złożu wyniki otrzymywane za pomocą metod wg 4.6.1 i 4.6.2 są zgodne. W przypadku niezgodności wyników należy zastosować metodę wg 4.6.2.

4.6.1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór (1+1).
- b) Kwas fluorowodorowy, 40%(m/m).

4.6.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć w parownicy platynowej 1 g wysuszonej i rozdrobnionej próbki piasku i zwilżyć ją 1 ml roztworu (1+1) kwasu siarkowego. Odpędzić nadmiar kwasu siarkowego oraz wyprażyć próbkę do stałej masy w temperaturze 800°C, następnie ponownie zwilżyć próbkę 1 ml roztworu (1+1) kwasu siarkowego, dodać 20 ml kwasu fluorowodorowego i ogrzewać pod przykryciem (płytką teflonową) 25 ÷ 20 min. Po tym czasie odparować próbkę do zaniku białych dymów SO₃ oraz wyprażyć do stałej masy w temperaturze 800°C. Z różnicy mas obliczyć zawartość krzemionki (SiO₂) w próbce.

4.6.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość krzemionki (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

- m — odważka próbki wysuszonej i przygotowanej zgodnie z 4.2.3, g,
- m_2 — masa parownicy z pozostałością po usunięciu krzemionki, g,
- m_1 — masa parownicy z próbką po odpędzeniu kwasu siarkowego (H_2SO_4) i po prażeniu w $800^\circ C$ (1073 K), g.

4.6.1.5. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,3% wyniku mniejszego.

4.6.1.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.6.1.5.

4.6.2. Oznaczanie krzemionki ze stapianiem

4.6.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na stopieniu próbki z węglanem sodowym, rozpuszczeniu stopu, wytrąceniu krzemionki za pomocą kwasu solnego i wagowym oznaczaniu SiO_2 .

4.6.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.
- b) Kwas solny 2% i roztwór (1+1) przyrządzony przez rozcieńczenie stężonego kwasu solnego cz.d.a. $d = 1,19$ g/ml.
- c) Kwas fluorowodorowy cz.d.a.
- d) Kwas szczawiowy cz.d.a.

4.6.2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć w parownicy platynowej 0,5 g wysuszonej i rozdrobnionej próbki piasku, zmieszać ostrożnie z 1 g bezwodnego węglanu sodowego i zasypać 0,5 g bezwodnego węglanu sodowego. Parownicę przykryć i ogrzewać do słabo czerwonego koloru platyny w utleniającym płomieniu palnika, stopniowo podnosząc temperaturę aż do otrzymania czystego stopu.

Po całkowitym stopieniu rozprowadzić stop po całej dolnej powierzchni parownicy, przykryć i ostudzić w temperaturze pokojowej. Dodać następnie 20 ÷ 25 ml roztworu (1+1) kwasu solnego (ostrożnie pod przykryciem) i ogrzewać pod przykryciem do rozpuszczenia stopu. Przemyć ścianki parownicy wodą destylowaną i odparować do sucha. Próbkę ostudzić, dodać 5 ml roztworu (1+1) kwasu solnego i 20 ml gorącej wody. Po 5 min sączyć do parownicy pojemności 250 ml. Przemyć osad kilkakrotnie 2% gorącym roztworem kwasu solnego, a następnie wodą. Sączek wraz z osadem przenieść do tej samej parownicy, w której wykonano stapianie.

Przesącz odparować do sucha, ostudzić, dodać 10 ml roztworu (1+1) kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Zawartość parownicy wysuszyć przez 30 min w $105^\circ C$ i ostrożnie dodać 5 ml roztworu (1+1) kwasu solnego, 20 ml wody i nieco pulpy celulozowej.

Odczekać 5 min i sączyć. Osad przemyć 8 razy gorącym 2% roztworem kwasu solnego, a następnie wodą i dołączyć do parownicy z pierwszym osadem. Przykryć częściowo parownicę i przy małym dostępie powietrza prażyć przez 30 min w temperaturze $1200^\circ C$. Przed wyjęciem z pieca przykryć parownicę, ostudzić w ekzykatorze i zważyć (m_1).

Zwilżyć osad krzemionki 1 ÷ 2 ml wody destylowanej, dodać 4 ÷ 5 ml kwasu fluorowodorowego i 0,5 g kwasu szczawiowego i odparować do sucha. Wysublimować kwas szczawiowy ostrożnie ogrzewając. Przykryć parownicę i prażyć przez 2 min w temperaturze $1000^\circ C$. Ostudzić i zważyć (m_2).

4.6.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość krzemionki (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

- m_1 — masa osadu po strąceniu krzemionki, g,
- m_2 — masa osadu po odpędzeniu krzemionki z kwasem fluorowodorowym, g,
- m — odważka próbki, g.

4.6.2.5. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,3% wyniku mniejszego.

4.6.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.6.2.5.

4.7. Przeprowadzenie próbek do roztworu (roztwarzanie) w celu oznaczania TiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 i CaO

4.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór (1+1), przygotowany przez rozcieńczenie stężonego H_2SO_4 cz.d.a. $d = 1,84$ g/ml wodą destylowaną.
- b) Kwas fluorowodorowy cz.d.a. 40%(m/m).
- c) Kwas solny cz.d.a. $d = 1,19$ g/ml i roztwór 10%(m/m).
- d) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.
- e) Pirosiarczan sodowy lub potasowy cz.d.a.

4.7.2. Czyszczenie naczyń platynowych. Do każdego naczynia platynowego (parownica, tygiel) wrzucić 2 ÷ 3 g pirosiarczanu sodowego, stopić go nad utleniającym stożkiem płomienia palnika i przez 3 ÷ 4 min rozprowadzać stop po całej wewnętrznej powierzchni naczynia przez jednoczesne grzanie. Po zakończeniu wygrzewania, wylugować stop wodą i odrzucić a naczynie platynowe gotować w roztworze kwasu solnego (1+1) przez 5 ÷ 10 min, oplukać dokładnie wodą destylowaną i wysuszyć.

Zaleca się w miarę możliwości stosowanie oddzielnych zestawów naczyń platynowych do roztwarzania próbek oraz oznaczania krzemionki. W przypadku używania tych samych naczyń platynowych do oznaczania krzemionki i żelaza (glinu, tytanu i wapnia), po każdorazowym oznaczaniu SiO_2 , oczyszczanie z pirosiarczanem powtórzyć dwukrotnie.

4.7.3. Wykonanie roztwarzania. W dokładnie oczyszczonej parownicy platynowej odważyć 3 g z dokładnością do $\pm 0,2$ g, wysuszonej i rozdrobnionej próbki piasku i zwilżyć ją 1 ml rozcieńczonego kwasu siarkowego (1+1). Dodać następnie 20 ml kwasu fluorowodorowego i ogrzewać pod przykryciem (płytką teflonową) przez 20 ÷ 25 min.

Po tym czasie, w przypadku niecałkowitego rozkładu próbki (widoczne ziarenka piasku), dodać jeszcze 5 ml kwasu fluorowodorowego i ogrzewać przez dalsze

10 ÷ 15 min. następnie odparować próbkę do obfitych białych dymów SO_3 (nie prażyć), dodać 10 ml roztworu kwasu solnego, ogrzać zawartość parownicy pod przykryciem do wrzenia i po ostudzeniu przesączyć roztwór przez miękki lub średni sącdek bezpośrednio do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, przemijając sącdek ciepłą wodą destylowaną. Sącdek wraz z pozostałością wysuszyć, spalić (spopielić nie dopuszczając do powstania płomienia) i stopić z 0,5 g bezwodnego węgla sodowego.

Stop wylugować na gorąco 5 ml wody destylowanej, dodać 5 ml stężonego kwasu solnego (pod przykryciem po kropli) i ogrzewać (pod przykryciem) do całkowitego rozpuszczenia stopu.

W przypadku trudności ze stopieniem, należy nierozpuszczalną część odsączyć, spalić i dotopić z pirosiarczanem sodowym lub potasowym. Otrzymany roztwór dołączyć do kolbki zawierającej przesącz po rozkładzie próbki i po stapieniu z sodą, dopełnić wodą destylowaną do objętości 100 ml i dokładnie wymieszać przez wielokrotne odwracanie kolby dnem do góry. Tak przygotowany roztwór używać do spektrofotometrycznego oznaczania glinu, żelaza, tytanu i wapnia. Równolegle wykonać dwie ślepe próby, które zawierają wszystkie odczynniki i roztwory, z wyjątkiem próbki piasku oraz obejmują wszystkie czynności związane z rozkładem próbki (zwilżanie kwasem siarkowym, wygrzewanie, odparowanie do dymów SO_3 , rozpuszczanie w kwasie solnym, stapianie itd.).

4.8. Oznaczanie tlenku tytanowego (TiO_2)

4.8.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na pomiarze intensywności zabarwienia kompleksu tytanu z kwasem chromotropowym za pomocą spektrofotometru lub fotokolorymetru, przy długości fali $\lambda = 460$ nm, w kuwetach 1 cm.

4.8.2. Aparatura. Spektrofotometr, np. „Specol” lub fotokolorometr dający możliwość pomiaru wartości absorpcji przy długości fali $\lambda = 460$ nm.

4.8.3. Odczynniki i roztwory

- Tytan metaliczny 99,9%.
- Tlenek tytanowy TiO_2 cz.d.a.
- Roztwory wzorcowe zawierające w 1 ml: 20 i 200 μg TiO_2 , przygotowane w podany niżej sposób.

Roztwór wzorcowy podstawowy I z metalicznego tytanu (Ti): metaliczny tytan (99,9%) oczyścić przez krótkie trawienie w rozcieńczonym kwasie siarkowym (1+1), oplukać wodą, acetonem i wysuszyć w temperaturze pokoju wagowego.

Odważyć z dokładnością do 0,1 mg 0,1199 g, uprzednio oczyszczonego metalicznego tytanu, przenieść go do zlewki pojemności 100 ml i rozpuścić w 10 ml roztworu kwasu siarkowego (1+1). Dodać następnie 1 ml stężonego kwasu azotowego i ogrzewać do obfitych dymów SO_3 . Czynność tę powtórzyć jeszcze dwukrotnie, a następnie przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej, dopełnić 10% roztworem kwasu siarkowego do objętości 1000 ml i dokładnie wymieszać. Tak przygotowany roztwór stanowi podstawowy wzorec tytanu, zawierający w 1 ml 200 μg TiO_2 .

Wzorcowy roztwór tytanu zawierający w 1 ml 20 μg TiO_2 przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego 10% kwasem siarkowym.

Roztwór dokładnie odmierzony pipetą wlać do kolby pomiarowej pojemności 10-krotnie większej od pojemności pipety.

Roztwór wzorcowy podstawowy II z tlenku tytanowego (TiO_2): odważyć z dokładnością do $\pm 0,1$ mg, 0,2 g TiO_2 i stopić z 15 g pirosiarczanu potasowego w tyglu kwarcowym lub platynowym. Rozpuścić stop w 500 ml gorącego roztworu kwasu siarkowego (1+3), przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej i dopełnić do objętości 1000 ml roztworem kwasu siarkowego (1+4). 1 ml tak przygotowanego wzorcowego roztworu tytanu zawiera 200 μg TiO_2 .

d) Kwas siarkowy cz.d.a., $d = 1,84$ g/ml i roztwory: 10% (1+1), (1+3) i (1+4).

e) Kwas azotowy cz.d.a. $d = 1,42$ g/ml.

f) Pirosiarczan potasowy ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) cz.d.a.

g) Kwas askorbinowy cz.d.a., roztwór 2% świeżo przygotowany do każdej serii pomiarów i przechowywany w butelce ze szkła oranżowego.

h) Kwas chromotropowy, roztwór 1%, przygotowany przez rozpuszczenie 1,0 g soli dwusodowej tego kwasu w wodzie, dodanie 20 ml roztworu kwasu askorbinowego i dopełnienie wodą do objętości 100 ml.

Roztwór ten należy przechowywać w butelce ze szkła oranżowego.

Roztwór jest trwały przez 1 miesiąc.

i) Bufor mrówczanowy o $\text{pH} = 3,5$, przygotowany przez rozpuszczenie 60 ml kwasu mrówkowego cz.d.a. i 28 g wodorotlenku sodowego cz.d.a. w objętości 1000 ml.

j) Wodorotlenek amonowy cz.d.a.

4.8.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 6 kolb pomiarowych pojemności 25 ml odmierzyć kolejno z biurety 0,5; 1; 2; 3; 5 i 7 ml wzorcowego roztworu tytanu o zawartości 20 μg w 1 ml TiO_2 , dodać 2 ml roztworu kwasu askorbinowego i odczekać 10 min. Dodać następnie 2 ml roztworu kwasu chromotropowego, amoniaku do pH około 2, 10 ml buforu mrówczanego i dopełnić roztwór wodą destylowaną do objętości 25 ml. Roztwory w kolbach dokładnie wymieszać i po upływie 10 min mierzyć wartości absorpcji roztworów przy długości fali $\lambda = 460$ nm w kuwetach 1 cm wobec wody destylowanej.

Równolegle wykonać ślepą próbę, która powinna zawierać wszystkie roztwory używane do sporządzania krzywej wzorcowej prócz wzorca tytanu.

Od wartości absorpcji analizowanych roztworów należy odjąć wartość absorpcji ślepej próby, mierzonej względem wody.

Każdy punkt krzywej wzorcowej należy powtórzyć 2-3 razy do uzyskania zgodnych wyników. Na podstawie uzyskanych wartości sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartości TiO_2 w mikrogramach na 25 ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości absorpcji.

4.8.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 25 ml odmierzyć $2 \div 10$ ml badanego roztworu, przygotowanego wg 4.7.3, dodać 2 ml wodnego roztworu kwasu askorbinowego i odczekać 10 min, w celu całkowitej redukcji żelaza trójwartościowego. Następnie dodać 2 ml roztworu kwasu chromotropowego, amoniaku do pH około 2, 10 ml buforu mrówczanego, dopełnić wodą destyloowaną do objętości 25 ml i dokładnie wymieszać. Po upływie 10 min mierzy wartość absorpcji roztworów przy długości fali 460 nm w kuwetach 1 cm, wobec wody destylowanej. Równolegle oznaczyć tytan w ślepej próbce, przygotowanej wg 4.7.3. Od wartości absorpcji analizowanych roztworów odjąć wartość absorpcji ślepej próby mierzonej względem wody.

Z danych pomiarowych odczytać z krzywej wzorcowej stężenie tytanu w mikrogramach TiO_2 w 25 ml. Wykonać przynajmniej dwa niezależne oznaczenia dla każdej próbki, które nie powinny różnić się więcej niż o 20% wyniku mniejszego. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch (lub więcej) oznaczeń.

4.8.6. Obliczanie wyników. Zawartość dwutlenku tytanu (X_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{a}{V \cdot m \cdot 100} \quad (7)$$

w którym:

a — zawartość dwutlenku tytanu odczytana z krzywej wzorcowej, $\mu g/25$ ml,

V — objętość roztworu wzięta do oznaczania, ml,

m — masa próbki piasku, g.

4.8.7. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku mniejszego.

4.8.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.8.7.

4.9. Oznaczanie tlenku żelazowego (Fe_2O_3)

4.9.1. Przygotowanie roztworów wzorcowych. Roztwory wzorcowe należy w zasadzie przygotowywać z metalicznego żelaza wysokiej czystości, jednak w przypadku braku takiego żelaza można stosować siarczan żelazowo-amonowy (sól Mohra).

a) Roztwory wzorcowe z metalicznego żelaza: metaliczne żelazo (99,9%) oczyścić przez krótkie trawienie w rozcieńczonym kwasie solnym (około 5%), opłukać wodą, a następnie acetonem lub alkoholem etylowym i wysuszyć w temperaturze pokoju wagowego. Odważyć z dokładnością do $\pm 0,1$ mg 0,1399 g uprzednio oczyszczonego żelaza i przenieść je do zlewki pojemności 100 ml, dodać 10 ml wody destylowanej i małymi porcjami (pod przykryciem) 10 ml stężonego kwasu solnego $d = 1,19$ g/ml. Stężony kwas solny dodawać takimi porcjami i w takich odstępach czasu, aby reakcja rozpuszczania żelaza przebiegała powoli, bez strat na zewnątrz. Ewentualne lekkie ogrzanie roztworu w celu przyspieszenia reakcji przeprowadzać pod przykryciem (szkiełko zegarkowe) ze względu na lotność chlorków żelaza.

Po całkowitym rozpuszczeniu przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i dopełnić wodą destyloowaną do kreski.

Tak przygotowany roztwór stanowi podstawowy wzorec żelaza o zawartości $200 \mu g Fe_2O_3$ w 1 ml. Wzorcowy roztwór żelaza o zawartości $10 \mu g Fe_2O_3$ w 1 ml przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego wodą destyloowaną, roztwór dokładnie odmierzony pipetą wlać do kolby pomiarowej pojemności 20-krotnie większej niż pojemność pipety.

b) Roztwory wzorcowe z siarczanu żelazowo-amonowego: 0,9822 odczynnika rozpuścić w 50 ml wody destylowanej, dodać 10 ml stężonego kwasu solnego, przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej i dopełnić wodą destyloowaną do objętości 1000 ml.

Stężenie żelaza $200 \mu g Fe_2O_3$ w 1 ml. Siarczan żelazowo-amonowy $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ może być stosowany jako wzorec żelaza, pod warunkiem że jego skład stechiometryczny (w tym również ilość wody) jest ściśle określony, ponieważ w warunkach laboratoryjnych żelazo może utleniać się, a ilość wody zmieniać.

4.9.2. Oznaczanie z kwasem sulfosalicylowym

4.9.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na pomiarze intensywności żółtego zabarwienia kompleksu żelaza z kwasem sulfosalicylowym za pomocą spektrofotometru lub fotometru przy długości fali $\lambda = 425$ nm.

4.9.2.2. Aparatura. Spektrofotometr lub fotokolorymetr i kuwety 1 cm.

4.9.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas sulfosalicylowy, roztwór 25%(m/m).

b) Chlorek amonowy, roztwór $c(NH_4Cl) = 1$ mol/l.

c) Wodorotlenek amonowy (woda amoniakalna).

d) Kwas siarkowy, $d = 1,84$ g/ml.

e) Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 10%(m/m).

4.9.2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć z biurety odpowiednią ilość roztworu wzorcowego rozcieńczonego, tak aby stężenie Fe_2O_3 w kolbach wynosiło od 0,02 mg do 0,32 mg. Krzywa wzorcowa powinna być wyznaczona przez co najmniej 8 punktów pomiarowych. Dodać po 10 ml chlorku amonowego i 5 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, 10 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i kroplami wody amoniakalnej do zmiany zabarwienia roztworu na żółte, dodać jeszcze 10 ml wody amoniakalnej, ochłodzić do temperatury otoczenia, dopełnić wodą do kreski i mierzyć wartość absorpcji na fotokolorymetrze przy długości fali $\lambda = 425$ nm, stosując jako odnośnik roztwór ślepej próby.

4.9.2.5. Wykonanie oznaczania. Z roztworu przygotowanego wg 4.7.3 pobrać pipetą 10 ml do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i dopełnić wodą do kreski. Z tego roztworu, w zależności od przypuszczalnej zawartości Fe_2O_3 , pobrać od $10 \div 20$ ml i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Dodać 10 ml roztworu chlorku amonowego, 5 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego oraz 10 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy. Następnie, kroplami wody amoniakalnej do zmiany zabarwienia na żółte i dodatkowo

jeszcze 10 ml nadmiaru. Po ochłodzeniu do temperatury otoczenia, dopełnić wodą do kreski i mierzyć wartość absorpcji na fotokolorymetrze przy $\lambda = 425$ nm, stosując jako odnośnik roztwór ślepej próby. Zawartość Fe_2O_3 w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej.

4.9.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku żelazowego (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{a \cdot V_1}{1000 \cdot m \cdot V} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym:

a — zawartość tlenku żelazowego z krzywej wzorcowej, mg,

V_1 — objętość roztworu próbki (4.7.3) razy rozcieńczenie, ml,

V — objętość roztworu próbki wzięta do badań, ml,

m — odważka próbki, g.

4.9.2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 15% wyniku mniejszego.

4.9.2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń wg 4.9.2.7.

4.9.3. Oznaczanie z *o*-fenantroliną

4.9.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na pomiarze intensywności pomarańczowego zabarwienia kompleksu żelaza (II) z *o*-fenantroliną, przy długości fali $\lambda = 512$ nm.

4.9.3.2. Aparatura. Spektrofotometr, np. „Spekol” lub fotokolorymetr dający możliwość pomiaru wartości absorpcji przy długości fali $\lambda = 512$ nm.

4.9.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwory wzorcowe żelaza zawierające w 1 ml 200 i 10 μg Fe_2O_3 , przygotowane wg 4.9.1.

b) Kwas solny cz.d.a. $d = 1,19$ g/ml i $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l.

c) Cytrynian sodowy cz.d.a., roztwór 30%(m/m).

d) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór 10%(m/m), świeżo przygotowany przed każdą serią pomiarów.

e) *o*-Fenantrolina, roztwór 0,5%(m/m), w kwasie solnym $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l.

4.9.3.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 7 kolb pomiarowych pojemności 25 ml odmierzyć kolejno z biurety: 0,5; 1; 2; 3; 5; 7 i 10 ml wzorcowego roztworu żelaza o zawartości 10 μg Fe_2O_3 w 1 ml, do każdej kolby dodać 2,5 ml roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy w celu regulacji żelaza (III) do żelaza (II). Roztwory w kolbach wymieszać i odczekać 2 min do całkowitej redukcji żelaza. Dodać następnie po 5 ml roztworu *o*-fenantroliny, 2,5 ml roztworu cytrynianu amonowego i uzupełnić do objętości 25 ml, wodą destylowaną. Roztwory w kolbach dokładnie wymieszać i po 30 min mierzyć wartość absorpcji analizowanych roztworów w kuwetach 1 cm, przy długości fali $\lambda = 512$ nm wobec wody jako odnośnika. Równolegle wykonać ślepa próbę, która powinna zawierać wszystkie roztwory (oprócz wzorca żelaza) używane do wykonania krzy-

wej wzorcowej. Każdy punkt krzywej wzorcowej należy powtórzyć 2 ÷ 3 razy do uzyskania zgodnych wyników. Od wartości absorpcji analizowanych roztworów należy odjąć wartość absorpcji ślepej próby (mierzonej względem wody). Z danych pomiarowych sporządzić wykres krzywej wzorcowej, odkładając na osi odciętych zawartość żelaza w μg Fe_2O_3 na 25 ml roztworu, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości absorpcji.

4.9.3.5. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 10 ml badanego roztworu, przygotowanego wg 4.7.3, dodać 2,5 ml roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy. Roztwory wymieszać i odczekać 2 min. Następnie dodać po 5 ml roztworu *o*-fenantroliny i uzupełnić do objętości 25 ml wodą destylowaną. Roztwory w kolbach wymieszać i po 30 min mierzyć wartość absorpcji analizowanych roztworów w kuwetach 1 cm, przy długości fali $\lambda = 512$ nm wobec wody. Równolegle wykonać oznaczanie żelaza w ślepych próbach przygotowanych wg 4.7.3. Od wartości absorpcji analizowanych roztworów odjąć wartość absorpcji ślepej próby. Wykonać przynajmniej dwa niezależne oznaczenia dla każdej próbki, które nie powinny się różnić więcej niż o 15% wyniku mniejszego.

4.9.3.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku żelazowego (X_9) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{a}{1000 \cdot m} \quad (9)$$

w którym:

a — odczytana z krzywej wzorcowej zawartość żelaza w μg $\text{Fe}_2\text{O}_3/25$ ml,

m — masa próbki piasku, g.

4.9.3.7. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 15% wyniku mniejszego.

4.9.3.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.9.3.7.

4.10. Oznaczanie zawartości tlenku glinowego Al_2O_3

4.10.1. Oznaczanie miareczkowe

4.10.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na miareczkowaniu wersenianem dwusodowym wobec PAN i kompleksonianu miedziowego.

4.10.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek amonowy, roztwór (1+1).

b) Octan amonowy, roztwór 10%(m/m).

c) PAN — wskaźnik; 0,1 g wskaźnika rozpuścić w 100 ml alkoholu etylowego. Roztwór jest trwały przez 30 dni.

d) Kompleksonian miedziowy, roztwór 0,05 mol/l.

e) Wersenian dwusodowy $c(\text{EDTA}) = 0,01$ mol/l, którego miano należy nastawić na wzorcowy roztwór cynku.

4.10.1.3. Wykonanie oznaczania. Pobrać pipetą 25 ml roztworu przygotowanego wg 4.7.3, przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml i rozcieńczyć wodą do 100 ml. Zbojętnić roztwór wodorotlenkiem amonowym do pH około 3, ogrzać do temperatury bliskiej

wrzenia, dodać 2 krople kompleksjonanu miedziowego, 6 kropli roztworu PAN i kroplami, intensywnie mieszając, dodać roztworu octanu amonowego do uzyskania fioletoworóżowej barwy roztworu. Miareczkować roztworem wersenianu z półmikrobiurety do uzyskania zmiany barwy roztworu na żółtą. Dodać kilka kropli octanu amonowego, ogrzać do wrzenia i jeśli roztwór zmieni zabarwienie, ponownie dodać wersenianu.

Czynność dodawania octanu amonowego, ogrzewania i miareczkowania ponowić do uzyskania nie zmniejszającego się żółtego zabarwienia, po dodaniu octanu amonowego i ogrzaniu do wrzenia w ciągu 2 min.

4.10.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku glinowego (X_{10}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{10} = \frac{V_1 \cdot V_2 \cdot K}{m \cdot V_3} \cdot 100 - (X_8, X_9) \cdot 0,64 \quad (10)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wersenianu zużyta do miareczkowania, ml,

V_2 — objętość roztworu próbki, ml,

V_3 — objętość roztworu próbki zużyta do badania, ml,

m — odważka próbki piasku, g,

K — miano zużytego roztworu wersenianu wyrażone w gramach tlenku glinowego na 1 ml.

4.10.1.5. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10% przy zawartości Al_2O_3 od 0,3% do 1% i 5% przy zawartości Al_2O_3 od 1% do 2,5% wyniku mniejszego.

4.10.1.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.10.1.5.

4.10.2. Oznaczanie kolorymetryczne

4.10.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na pomiarze intensywności zabarwienia kompleksu jonów glinowych z chromazuolem S za pomocą spektrofotometru, przy długości fali $\lambda = 567$ nm.

4.10.2.2. Aparatura — spektrofotometr, np. „Spekol” lub fotokolorymetr dający możliwość absorpcji przy długości fali $\lambda = 567$ nm.

4.10.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Glin metaliczny 99,999%.

b) Siarczan glinowo-potasowy $K_2SO_4Al_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$ cz.d.a.

c) Kwas solny cz.d.a. $d = 1,19$ g/ml, roztwór 10% (m/m) i $c(HCl) = 0,01$ mol/l.

d) Chromazuol S, roztwór 2% (m/m).

e) Kwas askorbinowy cz.d.a., roztwór 1%, świeżo przygotowany przed każdą serią pomiarów i przechowywany w butelce ze szkła oranżowego.

f) Bufor octanowy o $pH = 4,6$, przygotowany przez rozpuszczenie 23,8 g octanu sodowego cz.d.a. i 20,2 ml lodowatego kwasu octowego cz.d.a. w objętości 100 ml.

g) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 2% (m/m).

h) Fosforan jednosodowy ($NaH_2PO_4 \cdot H_2O$), roztwór 0,15% (m/m).

i) Oranż metylowy, roztwór wody 0,1%, przygotowany przez rozpuszczenie 0,1 g wskaźnika w 80 ml

wody gorącej i po ostudzeniu uzupełniony do 100 ml.

j) Roztwory wzorcowe glinu zawierające w 1 ml roztworu 20 μg i 200 μg Al_2O_3 .

Roztwór wzorcowy podstawowy I z metalicznego glinu: metaliczny glin (99,999%) oczyścić przez krótkie trawienie w 10% roztworze kwasu solnego, opłukać wodą, acetonem i wysuszyć w temperaturze pokoju wagowego. Odważyć z dokładności do $\pm 0,1$ mg 0,1059 g metalicznego glinu i rozpuścić go w 50 ml 10% roztworu kwasu solnego ogrzewając ostrożnie, zwracając uwagę na wolny (bez strat na zewnątrz) przebieg reakcji rozpuszczania. Następnie przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej, dopełnić wodą destylowaną do objętości 1000 ml i dokładnie wymieszać. Tak przygotowany roztwór stanowi podstawowy wzorec glinu o stężeniu 200 μg Al_2O_3 w 1 ml. Wzorcowy roztwór glinu o zawartości 20 μg Al_2O_3 w 1 ml przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego roztworem kwasu solnego $c(HCl) = 0,01$ mol/l. Roztwór dokładnie odmierzony pipetą wlać do kolby pomiarowej pojemności 10-krotnie większej od pojemności pipety.

Roztwór wzorcowy podstawowy II z siarczanu glinowo-potasowego: 1,8628 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w wodzie, dodać 5 ml 10% roztworu kwasu solnego, przenieść roztwór do kolby pomiarowej i dopełnić do objętości 1000 ml wodą destylowaną. Stężenie tak przygotowanego roztworu glinu wzorcowego zawiera w 1 ml 200 μg Al_2O_3 .

4.10.2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 5 kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć z mikrobiurety kolejno: 0,5, 1, 1,5, 2 i 2,5 ml wzorcowego roztworu glinu o stężeniu 20 μg Al_2O_3 w 1 ml, rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 20 ml i dodać taką ilość roztworu wodorotlenku sodowego, która odpowiada zmianie barwy oranżu metylowego na żółtą. Próbę z wodorotlenkiem sodowym wykonać dla każdej objętości wzorcowego roztworu glinu oddzielnie, przed wykonaniem krzywej wzorcowej (wzorec rozcieńczony do 20 ml wodą destylowaną i miareczkowany roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy oranżu metylowego na żółte). Następnie dodać 2 ml roztworu kwasu askorbinowego, 5 ml buforu octanowego, 1 ml roztworu fosforanu jednosodowego, 2 ml roztworu chromazuolu S, dopełnić wodą do objętości 50 ml i dokładnie wymieszać. Po 10 min mierzyć wartość absorpcji roztworów przy długości fali $\lambda = 567$ nm, w kuwetach 1 cm wobec wody. Równolegle wykonać ślepą próbę, która powinna zawierać wszystkie roztwory używane do wykonania krzywej wzorcowej oprócz wzorca glinu. Od wartości absorpcji roztworów wzorcowych należy odjąć wartość absorpcji ślepej próby (mierzonej względem wody). Każdy punkt krzywej wzorcowej należy powtórzyć 2—3 razy do uzyskania zgodnych wyników. Z danych pomiarowych sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartości glinu w μg $Al_2O_3/50$ ml, a na osi rzędnych — odpowiadające im wartości absorpcji.

4.10.2.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 5 ml badanego roztworu, przygotowanego wg. 3.7.3, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu próbki pobrać pipetą 5 ml, rozcieńczyć do 20 ml wodą destylowaną i dodać taką ilość roztworu wodorotlenku sodowego, która odpowiada zmianie barwy oranżu metylowego na żółtą. Próbę roztworem wodorotlenku sodowego wykonać dla każdego badanego roztworu oddzielnie (badany roztwór rozcieńczony do 20 ml wodą i miareczkowany roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy oranżu metylowego na żółtą). Następnie dodać 2 ml roztworu kwasu askorbinoowego, 5 ml buforu octanowego, 1 ml roztworu fosforanu jednosodowego, 2 ml roztworu chromazurolu S, dopełnić wodą do objętości 50 ml i dokładnie wymieszać. Po upływie 10 min mierzyć wartość absorpcji analizowanych roztworów, przy długości fali $\lambda = 567$ nm w kuwetach 1 cm wobec wody. Równolegle oznaczyć glin w ślepej próbie przygotowanej wg 4.7.3. Od wartości absorpcji analizowanych roztworów odjąć wartość absorpcji ślepej próby mierzonej względem wody.

Z danych pomiarowych odczytać z krzywej wzorcowej stężenie glinu w $\mu\text{g Al}_2\text{O}_3/50$ ml. Wykonać przynajmniej dwa niezależne oznaczenia dla każdej próbki, które nie powinny różnić się więcej niż o 15% wyniku mniejszego. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch (lub więcej) oznaczeń.

4.10.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu glinowego (X_{11}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{11} = \frac{a}{50 \cdot m} \quad (11)$$

w którym:

a — stężenie tlenu glinowego odczytane z krzywej wzorcowej, $\mu\text{g}/50$ ml,

m — masa próbki piasku, g.

4.10.2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 15% wyniku mniejszego.

4.10.2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń wg 4.10.2.7.

4.11. Oznaczanie zawartości tlenu wapniowego (CaO)

4.11.1. Oznaczanie miareczkowe

4.11.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na miareczkowaniu wersenianem dwusodowym jonów wapnia wobec kalcesu jako wskaźnika.

4.11.1.2. Przyrządy. Biureta z automatycznie ustawionym zerem lub zwykła biureta laboratoryjna pojemności 10 ml, z dokładnością podziałki do 0,02 ml.

4.11.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek hydroksyloaminy.

b) Chlorowodorek trójetanoloaminy, roztwór 3% (m/m).

c) Kalces, stała mieszanina z chlorkiem sodowym ($1 \div 100$), dokładnie roztarta w moździerzu.

d) Kwas solny $c(\text{HCl}) = 1$ mol/l.

e) Urotropina, roztwór 30% (m/m) i roztwór 1% (m/m).

f) Chlorek wapniowy, roztwór wzorcowy $c(\text{CaCl}_2) = 0,01$ mol/l.

g) Wersenian dwusodowy $c(\text{EDTA}) = 0,01$ mol/l, molarność tego roztworu ustalić wg roztworu wzorcowego chlorku wapniowego.

h) Wodorotlenek potasowy, roztwór 20% (m/m).

4.11.1.4. Wykonanie oznaczania. Pobrać pipetą 50 ml roztworu przygotowanego wg 4.7.3 i przenieść do zlewki pojemności 250 ml. Roztwór ogrzać prawie do wrzenia, dodać 10 ml roztworu urotropiny, zlewkę pozostawić na wrzącej łaźni wodnej do opadnięcia osadu, ostudzić i sączyć przez sączek średniej gęstości do kolby pomiarowej pojemności 200 ml. Osad przemyć kilkakrotnie 1% roztworem urotropiny, objętość roztworu uzupełnić wodą do kreski. Dokładnie wymieszać, odmierzyć pipetą 100 ml roztworu do kolby stożkowej pojemności 250 ml, zakwaszyć kilkoma kroplami kwasu solnego, dodać kilka kryształków chlorowodoru hydroksyloaminy, 1 ml trójetanoloaminy, zamieszać i po 5 min dodać kalcesu i wodorotlenku potasowego do różowego zabarwienia roztworu.

4.11.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu wapniowego (X_{12}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{12} = \frac{V \cdot V_1 \cdot K}{100 \cdot m \cdot V_2} \quad (12)$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu zużyta do miareczkowania wobec kalcesu, ml,

V_1 — objętość roztworu próbki x rozcieńczenia, ml,

K — miano roztworu wersenianu wyrażone w miligramach CaO/ml,

V_2 — objętość roztworu zużyta do badania, ml,

m — odważka próbki piasku, g.

4.11.1.6. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10% wyniku mniejszego.

4.11.1.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń wg 4.11.1.6.

4.11.2. Oznaczanie wapnia z gliksalo-bis (2-hydroksyanilem) (GBHA)

4.11.2.1. Zasada oznaczania. Zasada polega na pomiarze intensywności czerwono-fioletowego zabarwienia kompleksu wapnia z GBHA, przy długości fali $\lambda = 516$ nm.

4.11.2.2. Aparatura. Spektrofotometr lub fotokolorymetr z pełnym wyposażeniem.

4.11.2.3. Odczynniki i roztwory

a) GBHA, roztwór 0,05% w metanolu. Rozpuścić 50 mg odczynnika w 100 ml metanolu. Przygotować roztwór raz na tydzień.

b) Kwas solny, roztwór $c(\text{HCl}) = 2$ mol/l.

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór $c(\text{NaOH}) = 1$ mol/l.

d) Wapń, podstawowy roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 1,7846 g CaCO_3 cz.d.a. wysuszonego w temperaturze 110°C ,

w 40 ml roztworu kwasu solnego, usunąć dwutlenek węgla przez gotowanie oraz rozcieńczyć roztwór w kolbie do objętości 1 l.

Roztwory robocze zawierające 0,1 mg CaO/ml oraz 0,01 mg CaO/ml, przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego.

4.11.2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć z mikrobiurety odpowiednie ilości roztworu wzorcowego tak, aby najmniejsza zawartość CaO wynosiła 0,005 mg CaO, a największa 0,07 mg CaO w 50 ml roztworu. Do każdej kolby dodać $5 \div 10$ ml wody oraz doprowadzić pH roztworu do odczynu obojętnego ($\text{pH} = 7 \div 8$) przy użyciu roztworu wodorotlenku sodowego. Następnie dodać 25 ml roztworu GBHA oraz 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego i uzupełnić wodą do kreski. Po upływie 10 min zmierzyć absorpcję roztworu przy długości fali $\lambda = 516$ nm, stosując jako odnośnik, roztwór ślepej próby.

4.11.2.5. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 250 ml pobrać 50 ml roztworu przygotowanego wg 4.7.3. Roztwór zobojętnić wodorotlenkiem sodowym do $\text{pH} = 5 \div 6$, ogrzać do wrzenia, jeśli wytrąci się osad, odsączyć przez gęsty sączek średniej gęstości. Osad przemyć wodą, przesącz zebrać do kolby pomiarowej pojemności 200 ml i uzupełnić wodą do kreski. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odpipetować odpowiednią ilość tego roztworu tak, aby zawartość CaO nie przekraczała 0,1 mg. Następnie dodać 25 ml roztworu GBHA oraz 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego i uzupełnić wodą do kreski. Po upływie 10 min zmierzyć absorpcję roztworu przy długości fali $\lambda = 516$ nm, stosując jako odnośnik roztwór ślepej próby.

4.11.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu wapniowego (X_{13}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{13} = \frac{a \cdot V}{1000 \cdot m \cdot V_1} \cdot 100 \quad (13)$$

w którym:

a — masa tlenu wapniowego odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

V — objętość roztworu próbki x rozcieńczenia, ml,

V_1 — objętość roztworu zużyta do badania, ml,

m — odważka próbki piasku, g.

4.11.2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 15% wyniku mniejszego.

4.11.2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń zgodnie z 4.11.2.7.

4.12. Oznaczanie zawartości tlenu sodowego (Na_2O) i tlenu potasowego (K_2O)

4.12.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na fotometrycznym pomiarze natężenia promieniowania emitowanego przez wzbudzone atomy sodu i potasu w płomieniu palnika acetylenowo-powietrznego.

4.12.2. Aparatura — fotometr płomieniowy z kompletnym wyposażeniem.

4.12.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas fluorowodorowy 40%(m/m).

b) Kwas siarkowy $d = 1,84$ g/ml.

c) Kwas solny, roztwór 10% (m/m).

d) Chlorek sodowy, roztwór wzorcowy 0,1% w stosunku do zawartości Na_2O : odważyć 0,9429 g chlorku sodowego, wyprażonego w temperaturze 400°C do stałej masy, rozpuścić w wodzie, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski w temperaturze 20°C i dokładnie wymieszać. Przechowywać w szczelnym naczyniu polietylenowym. Trwałość roztworu — 6 miesięcy.

e) Chlorek potasowy, roztwór wzorcowy 0,1% w stosunku do zawartości K_2O : odważyć 0,7919 g chlorku potasowego, wyprażonego w temperaturze 400°C do stałej masy, rozpuścić w wodzie, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski w temperaturze 20°C , dokładnie wymieszać. Przechowywać w szczelnym naczyniu polietylenowym. Trwałość roztworu — 6 miesięcy.

4.12.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 100 ml ze szkła chemicznie odpornego, wylugowanego wodą, odmierzyć z biurety odpowiednie ilości roztworu wzorcowego chlorku sodowego, przygotowanego wg 4.12.3d), tak aby stężenie Na_2O w kolbach wynosiło od 0,001 do 0,012 g/100 ml, a zmieniało się w każdej następnej kolbie o 0,002 g/100 ml. Do każdej kolby dodać 10 ml roztworu kwasu solnego i dopełnić do kreski wodą o temperaturze 20°C . W ten sam sposób przygotować roztwory chlorku potasowego, odmierzając takie same ilości roztworu wzorcowego chlorku potasowego, przygotowanego wg 4.12.3c). Roztwory rozcieńczone przechowywać w szczelnych naczyniach polietylenowych. Trwałość roztworów — 2 tygodnie.

Przed wykonaniem pomiarów ustalić optymalne warunki robocze fotometru, tj. odpowiednie ciśnienie powietrza i acetyleny. Rozpylać przez 15 min roztwór chlorku sodowego o średnim stężeniu przy otwartej przesłonie blaszkowej, stosując filtr interferencyjny dla sodu. Przemyć rozpylacz wodą, ustalić zero na skali galwanometru przy zamkniętym dopływie światła do fotoogniwa.

Wykonać pomiary dla serii roztworów wzorcowych chlorku sodowego przy ustalonej przesłonie irysowej przyrządu. Równolegle wykonać w ustalonych warunkach pomiarowych dla sodu i potasu pomiary ślepych prób, zawierających wszystkie odczynniki, z wyjątkiem roztworów wzorcowych sodu i potasu. Zmienić filtr na filtr interferencyjny dla potasu i wykonać pomiary dla serii roztworów chlorku potasowego.

Wykreślić krzywe wzorcowe, odkładając na osi rzędnych wartości stężenia Na_2O i K_2O w g/100 ml roztworu, a na osi odciętych — odpowiadające im wychylenia galwanometru w jednostkach skali (po odjęciu wychylenia odpowiadającego ślepej próbce).

4.12.5. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 4.2.4.3 odważyć 2 g w parownicy platynowej,

zwilżyć wodą, dodać 20 kropli kwasu siarkowego, wymieszać i dodać około 15 ml kwasu fluorowodorowego, odparować na łaźni wodnej często mieszając, opłukać ścianki parownicy strumieniem wody z tryskawki. Kwas fluorowodorowy dodawać po kilka ml, do całkowitego rozłożenia kwarcu, odparować na łaźni wodnej kwas fluorowodorowy, a kwas siarkowy na łaźni piaskowej lub powietrznej, do zaniku białych dymów. Przenieść zawartość parownicy ilościowo wodą za pomocą strumienia z tryskawki do zlewki pojemności 100 ml ze szkła odpornego chemicznie, uprzednio wylugowanego wodą. Dodać 10 ml roztworu kwasu solnego i ogrzewać roztwór do wrzenia. Po ochłodzeniu roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i dopełnić do kreski wodą o temperaturze 20°C. Tak przygotowany roztwór należy zbadać na fotometrze płomieniowym, stosując odpowiednie filtry i zapisując kolejne wychylenia galwanometru dla sodu i potasu. Ustalić zawartość tlenku sodowego i potasowego w badanej próbce przy użyciu krzywej wzorcowej.

Przed wykonaniem każdej serii pomiarów należy skontrolować krzywe wzorcowe dla sodu i potasu przynajmniej dla trzech roztworów.

Równoległe wykonać dwie ślepe próby, które należy uwzględnić przy odczytywaniu krzywej wzorcowej zawartości Na_2O i K_2O .

4.12.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku sodowego (X_{14}) i zawartość tlenku potasowego (X_{15}) obliczyć w procentach wg wzorów

$$X_{14} = \frac{a}{m} \cdot 100 \quad (14)$$

$$X_{15} = \frac{a_s}{m} \cdot 100 \quad (15)$$

w których:

- a — zawartość Na_2O lub K_2O , odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- m — odważka próbki piasku, g.

4.12.7. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10% wyniku mniejszego.

4.12.8. Wynik. Za wynik należy uznać średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń wg 4.12.7.

4.13. Oznaczanie całkowitej zawartości siarki w przeliczeniu na SO_3

4.13.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na wagowym określeniu całkowitej zawartości siarki w postaci BaSO_4 .

4.13.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny stężony $d = 1,18$ g/ml oraz roztwór 10%(m/m).
- b) Woda bromowa, roztwór nasycony.
- c) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).
- d) Wodorotlenek sodowy, roztwór 10%(m/m).

4.13.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbek piasku, przygotowanej wg 4.2.4.3, przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 10 ml wody bromowej oraz 50 ml roztworu kwasu solnego.

Ustawić zlewkę pod przykryciem na łaźni wodnej. Dodawać wodę bromową jeszcze dwukrotnie po około 10 ml. Utrzymywać zlewkę na łaźni wodnej około 2 h, aż do zaniku bromu. Następnie zlewkę odstawić i zawartość przesączyć przez dwa gęste sączki. Przesącz zbierać w zlewce pojemności 250 ml. Sączki kilkakrotnie przemyć gorącą wodą. Roztwór zubożyć wodotlenkiem sodowym wobec oranżu metylowego oraz dodać 2 ml stężonego kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać 5 ml roztworu chlorku barowego, wymieszać i odstawić do opadnięcia osadu, najlepiej na noc. Przesączyć przez twardy sączek, osad na sączku przemyć dokładnie wodą. Sączek wraz z osadem spopielić i wyprażyć w temperaturze 800°C oraz zważyć. Prażenie i ważenie należy powtarzać do osiągnięcia stałej masy.

4.13.4. Obliczanie wyników. Całkowitą zawartość siarki (X_{16}) w przeliczeniu na SO_3 , obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{16} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 0,343}{m} \cdot 100 \quad (16)$$

w którym:

- m_2 — masa tygła z wyprażonym osadem BaSO_4 , g,
- m_1 — masa tygła, g,
- m — masa tygła, g,
- 0,343 — współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na SO_3 .

4.13.5. Dopuszczalna różnica między wynikami 2 równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku mniejszego.

4.13.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń wg 4.13.5.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6811-01

- a) wprowadzono nową klasę piasku wysokiej jakości Ia, ze względu na odmienny sposób przerobu,
- b) skorygowano dozwoloną zawartość zanieczyszczeń w klasie piasków od Sp — 2,
- c) włączono uziarnienie do drobnych piasków,
- d) podzielono uziarnienie podstawowe piasków na odmianę A i B,
- e) zmodernizowano oznaczanie uziarnienia metodą moką,
- f) wprowadzono transport kontenerowy,
- g) podano drugą metodę oznaczania SiO_2 dla piasków o zawartości krzemionki poniżej 99%,
- h) podano zmodyfikowany sposób przeprowadzania próbek piasków szklarskich do roztworów, w celu oznaczania glinu, tytanu i żelaza.

i) podano przepis oczyszczania naczyń platynowych,

j) zmodyfikowano metodę oznaczania glinu i żelaza oraz zmieniono metodę oznaczania tytanu, stosując jako odczynnik kwas chromatropowy,

k) podano nowe przepisy przygotowania roztworów wzorcowych glinu, tytanu i żelaza.

3. Normy związane

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

4. Autorzy projektu normy — chem. dypl. Jerzy Pięgowski — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa; doc. dr Teresa Jankowska, dr Anna Gołkowska i mgr inż. Witold Skwara — Instytut Badań Jądrowych, Warszawa.

5. Wydanie 2 — stan aktualny: styczeń 1987; uwzględniono zmianę ogłoszoną w Biuletynie PKNMiJ nr 1/83 poz. 10; ponadto uaktualniono normę związaną i wprowadzono niezbędne poprawki.