

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70 <hr/> 6048-01
	Sadze kanałowe i piecowe	
	Grupa katalogowa X 104	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są sadze: aktywna kanałowa, piecowa półaktywna i piecowa małoaktywna, otrzymywane przez niecałkowite spalanie węglowodorów.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Sadza aktywna kanałowa oraz sadze piecowe stosowane są głównie jako napełniacze mieszanek gumowych.

1.3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-60/P-79005 Worki papierowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. Rozróżnia się trzy następujące rodzaje sadz kanałowych i piecowych:

- sadza aktywna kanałowa,

- sadza półaktywna piecowa Sapex 20,
- sadza małoaktywna Sanex 10.

2.2. Gatunki. Rozróżnia się dwa gatunki sadzy aktywnej kanałowej oznaczone symbolami SAO i SA1.

2.3. Odmiany. W zależności od gęstości nasypowej rozróżnia się:

a) trzy odmiany sadzy aktywnej kanałowej i półaktywnej piecowej Sapex 20

- niezagęszczona (N),
- zagęszczona (Z),
- granulowana (G)

b) dwie odmiany sadzy małoaktywnej piecowej Sanex 10

- niezagęszczona (N),
- zagęszczona (Z).

2.4. Przykład oznaczenia

a) sadzy aktywnej kanałowej gatunku SAO zagęszczonej:

SADZA AKTYWNA KANAŁOWA SAO-Z BN-70/6048-01
symbol wg SWW:1249-611

b) sadzy półaktywnej piecowej Sapex 20 granulowanej:

SADZA PÓLAKTYWNA PIECOWA Sapex 20-G
BN-70/6048-01 symbol wg SWW:1249-631

¹⁾ Symbole wg SWW: 1249-611, 1249-631 i 1249-641.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 25 września 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1971 r.
(Mon. Pol. nr 44/1970 poz. 354)

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje			
	sadza kanałowa aktywna		sadza półaktyw- na piecowa Sapex 20	sadza małoaktyw- na piecowa Sanex 10
	gatunki			
	SA0	SA1		
a) Wilgoci, %, nie więcej niż	2,5	3	1 ¹⁾	1
b) Popiołu w sadzy suchej, %, nie więcej niż	0,05	0,1	0,4	0,4
c) Ekstraktu acetonowego w sadzy suchej, %, nie więcej niż	1	2,0	0,2	0,2
d) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,06 mm, %, nie więcej niż	0,1	0,2	nie normalizuje się	
e) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,15 mm, %, nie więcej niż	nie normalizuje się		0,03	0,03
f) pH mieszaniny sadzy z wodą	3,3÷5,5	3,3÷5,5	9÷10	9÷10
g) Gęstość nasypowa, g/l				
- sadzy niezagęszczonej, nie więcej niż nie mniej niż	60	60	nie normalizuje się	
- sadzy zagęszczonej, nie mniej niż	nie normalizuje się		100	100
- sadzy granulowanej, nie mniej niż	200	200	150	150
	330 ²⁾	300	250	-
h) Powierzchnia właściwa, m ² /g	nie normalizuje się		20÷28	10÷19
i) Miedzi, %, nie więcej niż	0,001	0,005	0,001 ³⁾	0,001 ³⁾
j) Manganu (próba)	nieobecny wg 5.4.9		nieobecny wg 5.4.9	
k) Części lotnych w sadzy suchej, %, nie więcej niż	7,0 ³⁾	7,0 ³⁾	nie normalizuje się	

1) Dla Zakładów Chemicznych Bydgoszcz, nie więcej niż 0,5%.

2) Dla Zakładów Chemicznych Tarnowskie Góry - dopuszcza się nie mniej niż 300 g/l.

3) Oznacza się tylko na żądanie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Sadze techniczne należy pakować w worki papierowe wg PN-60/P-79005 i PN-68/O-79027. Sadze kanałowe o masie netto 7 i 30 kg oraz sadze piecowe o masie netto 20 kg należy pakować w worki papierowe OK 4/2 N o wymiarach 220×600×1100 mm zamykanych przez wiązanie.

Sadze piecowe o masie netto 30 kg należy pakować w worki papierowe OK 4/2 N o wymiarach 240×700×1200 mm zamykanych przez wiązanie.

Sadze mogą być również dostarczane w kontenerach metalowych.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- oznaczenie produktu wg 2.4,
- datę produkcji,
- znak partii,
- masę netto.

W przypadku dostarczania sadzy w kontenerach powyższe dane należy umieścić w dokumentach towarzyszących.

Ponadto każdy worek powinien być oznakowany znakiem wytwórni. Znak wytwórni na tle czerwonym oznacza sadzę aktywną kanałową, na tle zielonym sadzę Sapex 20 i na fioletowym Sanex 10.

Dopuszcza się przypadki pakowania sadzy w worki z pominięciem znakowania gatunku i odmiany pod warunkiem dołączenia pełnego atestu do dokumentów towarzyszących środkowi transportu.

Opakowanie i znakowanie sadzy na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Sadze należy przechowywać w suchych pomieszczeniach, umieszczając worki z sadzą na suchym podłożu.

4.3. Transport. Sadze w workach należy przewozić krytymi środkami transportu. Dopuszcza się przewożenie sadzy luzem w krytych wagonach samowładowniczych.

Środek transportowy powinien być przygotowany do załadunku przez usunięcie gwoździ oraz zabezpieczenie haków, śrub itp. wystających części, które mogą spowodować uszkodzenie opakowań.

Worki należy układać w pozycji leżącej w poprzek lub wzdłuż wagonu ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportowego, w stosy o równej wysokości, a ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym lub w inny sposób tak, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

Worki w przestrzeni międzydrzwiowej powinny być ułożone co najmniej 10 cm od drzwi wagonu oraz zabezpieczone przed obsunięciem podczas normalnych wstrząsów wagonu łaćkami drewnianymi lub zastawami.

Bliższe ładowanie worków może spowodować ich uszkodzenie przy otwieraniu drzwi wagonu.

Otwory okienne i drzwiowe należy zabezpieczyć przed przenikaniem wpływów atmosferycznych do wnętrza środka transportowego.

5. BADANIA

5.1. Program badań

- oznaczanie wilgoci,

- b) oznaczanie zawartości popiołu,
- c) oznaczanie ekstraktu acetonowego,
- d) oznaczanie pozostałości na sicie,
- e) oznaczanie pH,
- f) oznaczanie gęstości nasypowej,
- g) oznaczanie powierzchni właściwej,
- h) oznaczanie zawartości miedzi,
- i) próba na nieobecność manganu,
- j) oznaczanie części lotnych.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi jednorazowa wysyłka sadzy jednego rodzaju, gatunku i odmiany.

5.3. Pobieranie próbek

5.3.1. Określenia zgodnie z PN-67/C-04500 p.1.3.

5.3.2. Kwalifikacje osób pobierających i przygotowujących próbki. Próbki powinny być pobierane i przygotowywane przez osobę mogącą się wykazać odpowiednimi kwalifikacjami.

5.3.3. Ogledziny wstępne partii. W przypadku niejednorodności produktu (częściowe zniszczenie, zmoczenie lub gdy produkt pochodzi z różnych partii produkcyjnych i zachodzi możliwość znacznych różnic w jego jakości) należy podzielić dostawę na części o zbliżonych własnościach i traktować je jako oddzielne partie.

5.3.4. Przygotowanie opakowań na otwarcia. Opakowanie przeznaczone do pobierania próbki należy oczyścić w taki sposób, aby podczas otwierania nie zanieczyścić produktu.

5.3.5. Postępowanie z przypadkowymi zanieczyszczeniami. Zanieczyszczenia przypadkowe jak: drewno, korek, siłoma itp. spotykane na powierzchni produktu sporadycznie i łatwe do wyeliminowania należy odrzucić. W przypadku, gdy zanieczyszczenia występują w całej masie produktu lub gdy są przypadkowe, ale zmieniają własności produktu nie należy ich odrzucać.

5.3.6. Postępowanie przy pobieraniu próbek.

W przypadku produktu opakowanego należy:

- a) z badanej partii wylosować opakowania do pobierania próbek pierwotnych,
- b) z każdego wylosowanego opakowania pobrać próbki pierwotne,
- c) z próbek pierwotnych sporządzić próbkę ogólną,
- d) z próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną.

W przypadku produktu bez opakowania należy:

- a) z badanej partii pobrać próbki pierwotne,
- b) z próbek pierwotnych sporządzić próbkę ogólną,
- c) z próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną.

5.3.7. Logowanie opakowań do pobierania próbek pierwotnych. Opakowania jednostkowe, z których mają być pobierane próbki pierwotne należy wybrać losowo przez bezpośrednie pobieranie ich na ślepo.

5.3.8. Wielkość i liczba próbek. Próbki pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010

- z każdego wagonu samowyładowczego przez otwory w ścianach czołowych,

- z worków lub kontenerów metalowych losowo wybranych do pobierania próbek w ilości zależnej od liczności opakowań w partii wg podanej tablicy.

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6÷ 15	5
16÷ 25	7
26÷ 63	8
64÷160	9
161i powyżej	10

Masa próbki ogólnej nie powinna być mniejsza niż 5 kg. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić $0,5 \div 1,5$ kg.

5.3.9. Warunki pobierania próbek. Należy przestrzegać, aby pobieranie próbek odbywało się możliwie szybko, w warunkach nie wpływających na własności produktu (deszcz, silne nasłonecznienie).

5.3.10. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Pobrane próbki pierwotnie należy zsypać na czystym miejscu zabezpieczonym przed zanieczyszczeniami produktu (wyłożonym blachą, wycementowanym itp.). Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną miesza się dokładnie przez usypywanie z niej stożka przynajmniej trzykrotnie, każdorazowo w innym miejscu. Ostatni stożek należy rozpląszyć i podzielić na cztery symetryczne części, z których dwie przeciwległe odrzucić. Z pozostałych uformować nowy stożek. Postępując w ten sposób należy zmniejszyć próbkę ogólną do wielkości wymaganej dla średniej próbki laboratoryjnej.

5.3.11. Pakowanie średniej próbki laboratoryjnej.

Produkt stanowiący średnią próbkę laboratoryjną należy umieścić w co najmniej 3 naczyniach w równych ilościach wystarczających do przeprowadzenia wszelkich przewidzianych badań.

Nасыpywanie produktu należy wykonać małymi porcjami. Porcje należy umieszczać po jednej w każdym naczyniu powtarzając w ten sam sposób te czynności, aż do napełnienia naczyń. Po napełnieniu należy zabezpieczyć, aby była zagwarantowana identyczność próbek. Jedno naczynie z próbką należy przeznaczyć dla producenta, drugie dla odbiorcy, a trzecie do analizy kontrolnej lub rozjemczej, którą należy przechowywać przez 3 miesiące od daty wysłania produktu z zakładu produkcyjnego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie wilgoci

5.4.1.1. Przyrządy

a) Suszarka elektryczna, gazowa lub inna, z regulacją temperatury.

b) Naczynka wagowe o średnicy 50 mm i wysokości $20 \div 30$ mm z doszlifowaną pokrywką.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 1 g badanej sadzy z dokładnością do 0,0002 g w naczyniach wagowych wysuszonych do stałej masy w temperaturze $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$. Naczynka z odważkami i na w pół uchylonymi pokrywkami umieścić w suszarce ogrzanej uprzednio do temperatury $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$ i suszyć w tej temperaturze przez 2 godz.

W suszarce średniej wielkości można suszyć równocześnie najwyżej 6 naczynek z odważkami. Po upływie 2 godz gorące naczynka przenieść do eksykatora, nakryć i pozostawić w nim przez 20 min, po czym zważyć je po uprzednim podniesieniu pokrywek dla wyrównania ciśnienia. Następnie należy przeprowadzić suszenie kontrolne trwające 30 min w temperaturze $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$ i powtarzać je tak długo, aż różnica między dwoma następującymi po sobie ważeniami będzie mniejsza niż 0,001 g.

Zawartość wilgoci (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

m_1 - masa sadzy przed suszeniem, g,

m_2 - masa sadzy po suszeniu, g.

5.4.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 10% wyniku średniego.

5.4.2. Oznaczanie zawartości popiołu

5.4.2.1. Przyrządy

- Tygiel porcelanowy lub kwarcowy.
- Elektryczny piec mufłowy z termoregulatorem.
- Eksykator.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 2 g sadzy wysuszonej w temperaturze $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy odważyć z dokładnością do 0,0002 g w tyglu porcelanowym lub kwarcowym wyprażonym w temperaturze około 950°C również do stałej masy.

Zawartość tygla rozprowadzić równą warstwą na całej powierzchni dna, po czym tygiel wstawić do pieca mufłowego i prażyć w temperaturze około 950°C w ciągu 3 do 4 godz aż do białości osadu. Po upływie tego czasu tygiel z popiołem wyjąć z pieca, ochłodzić w ciągu 5 min na powietrzu, wstawić do eksykatora i po upływie 20 min zważyć. Następnie należy przeprowadzić kontrolne prażenie tygla z popiołem w temperaturze 950°C i powtarzać je tak długo, aż różnica między dwoma następującymi po sobie ważeniami wyniesie najwyżej 0,0004 g. Do obliczenia przyjąć ostatni wynik ważenia.

5.4.2.3. Obliczanie wyników. Zawartość popiołu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m - odważka sadzy, g,

m_1 - masa popiołu, g.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przejąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń,

których różnica nie powinna przekraczać 10% wyniku średniego.

5.4.3. Oznaczanie ekstraktu acetonowego

5.4.3.1. Przyrządy

- Aparat Soxhleta lub Grafego.
- Łaźnia wodna.
- Suszarka elektryczna, gazowa lub inna, z regulacją temperatury.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Około 5 g sadzy wysuszonej w temperaturze $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy odważyć z dokładnością do 0,0002 g i ekstrahować acetonem w aparacie Soxhleta lub Grafego do chwili, kiedy roztwór spływający z aparatu będzie bezbarwny przy czym ekstrahować co najmniej w ciągu 6 godz. Otrzymany ekstrakt odparować na łaźni wodnej i suszyć w suszarce w temperaturze $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość ekstraktu acetonowego (E_a) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m - odważka sadzy, g,

m_1 - masa wysuszonego ekstraktu, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 10% wyniku średniego.

5.4.4. Oznaczanie pozostałości na sicie

5.4.4.1. Przyrządy

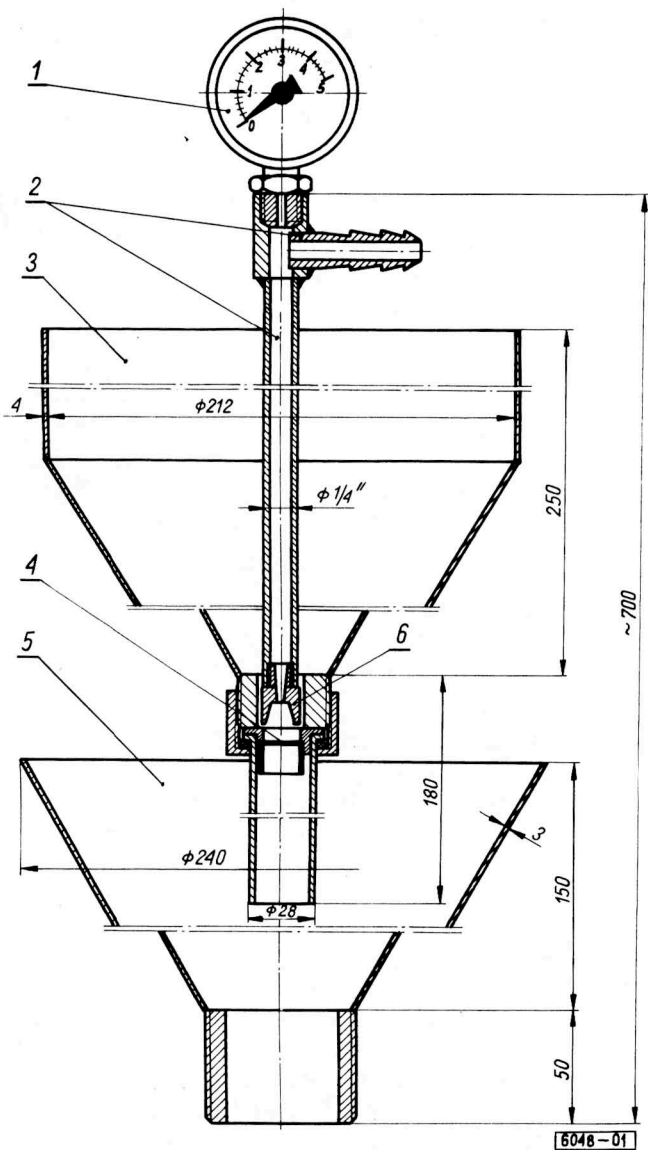
- Aparat do oznaczania pozostałości na sicie - wg rysunku.
- Suszarka elektryczna.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Około 25 g badanej sadzy odważyć z dokładnością do 0,05 g. Odważkę umieścić w zlewce pojemności 0,5 l, wlać tyle 96-procentowego alkoholu etylowego aby dokładnie i całkowicie zwilżyć sadzę, po czym dodać wody do $3/4$ objętości zlewki i dokładnie wymieszać przeciekającym szkłem.

Otworzyć dopływ wody przez dyszę aparatu i uregulować ciśnienie tak, aby manometr wskazywał około $2 \pm 2,5$ at.

Następnie stopniowo wlewać ze zlewki zawieszoną sadzę do lejka aparatu, spłukując ją z bocznych ścian zlewki i lejka strumieniem wody z węża. Po opróżnieniu zlewki spłukać zlewkę i lejek dokładnie wodą tak długo, aż odpływająca woda z aparatu stanie się całkowicie czysta, co należy sprawdzić przez pobranie jej próbki do parownicy porcelanowej lub zlewki.

Następnie wykręcić sito z lejka aparatu, przemyć je alkoholem etylowym i wysuszyć razem z pozostałością w temperaturze $105 \pm 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy. Z różnicy wagi sita przed i po oznaczeniu obliczyć procent zawartości pozostałości na sicie. Sito po wykonaniu oznaczania należy dokładnie oczyścić, wysuszyć do stałej masy, zważyć i ponownie wkręcić do aparatu.



Zawartość pozostałości (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m - masa sady, g,
- m_1 - masa wysuszonego sita, g,
- m_2 - masa wysuszonego sita z pozostałością, g.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 20% wyniku średniego.

5.4.5. Oznaczanie pH

5.4.5.1. Wykonanie oznaczenia. Około 2 g badanej sady zwilżyć kilkoma kroplami wody, a następnie zalać w zlewce 25 ml wody destylowanej i dodać nieco alkoholu etylowego w celu zwiększenia zwilżalności sady przez wodę. Następnie ogrzać do

wrzenia. Po ostygnięciu mieszanki oznaczyć jej pH za pomocą pehametru ze szklaną elektrodą lub inną zapewniającą właściwy pomiar. Sprawdzenie rzetelności wskazań pehametru należy wykonać przy pomocy roztworów buforowych.

5.4.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,2.

5.4.6. Oznaczanie gęstości nasypowej

5.4.6.1. Przyrządy

- a) Cylinder pomiarowy o wymiarach:
 - wysokość około 160 mm,
 - średnica wewnętrzna około 40 mm,
 - pojemność całkowita dokładnie 200 cm³.
- b) Lejek szklany o średnicy wylotu około 8 mm.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczenia. Do suchego cylindra pomiarowego zważonego z dokładnością do 0,01 g wsypaną badaną sadzę przez lejek o wysokości 50 mm, liczonej od dolnej krawędzi wylotu lejka do górnej krawędzi cylindra, aż do chwili utworzenia się stożka nad cylindrem. Następnie za pomocą gładkiej listewki wyrównać powierzchnię sady, równo z górnym brzegiem cylindra.

Cylinder nie może ulegać żadnym wstrząsom. Cylinder z sadzą zważyć z dokładnością do 0,01 g.

Gęstość nasypową sady (U) obliczyć w g/l wg wzoru

$$U = (m_1 - m) \cdot 5 \quad (5)$$

w którym:

- m - masa cylindra pustego, g,
- m_1 - masa cylindra z sadzą, g.

5.4.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać:

- 1 g/l w przypadku sady niezagęszczonej,
- 10 g/l w przypadku sady zagęszczonej i granulowanej.

5.4.7. Oznaczanie powierzchni właściwej

5.4.7.1. Przyrządy

- a) Kolorymetr fotoelektryczny FEK-M (produkcji ZSRR) lub KF-3 (produkcji krajowej).
- b) Zlewka na 25 ml lub parownica.
- c) Kolby pomiarowe na 500 ml.

5.4.7.2. Odczynniki. Roztwór zwilżacza alfenolu -3 (1 g zwilżacza na 4 g wody destylowanej). Zwilżacz alfenol-3 jest produktem kondensacji tlenu etylenu.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 0,1 g sady (z dokładnością do 0,0002 g) przesianej uprzednio przez sito o boku oczka 0,15 mm. Odważoną sadzę umieścić w zlewce pojemności 25 ml lub parownicy, dodać 0,25 ml roztworu zwilżacza i rozcieńczyć przez 10 min. Do dokładnie roztartej sady dodać wody destylowanej i mieszać do przejścia całości sady w stan zawiesiny.

Otrzymaną zawiesinę przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml napełnionej wodą destylowaną do

2/3 objętości i dolać wody do kreski. Zawartość kolby wstrząsać w ciągu 1 min. Następnie pobrać pipetą 5 ml zawiesiny, wlać do drugiej kolby pojemności 500 ml i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Równolegle należy przygotować w identyczny sposób roztwór porównawczy bez sadzy. Pomiar gęstości optycznej zawiesiny sadzy i roztworu porównawczego wykonać na kolorymetrze FEK-M lub KF-3, postępując zgodnie z dołączoną do przyrządu instrukcją (dla kolorymetru FEK-M instrukcja nr 2) i stosując kuwety długości 50 mm oraz filtr świetlny niebieski. Pomiar gęstości optycznej wykonać zgodnie z wymienionymi instrukcjami.

Powierzchnię właściwą (P) obliczyć w m^2/g wg wzoru

$$P = 92,2 \cdot D \quad (6)$$

w którym:

D - gęstość optyczna odczytana na bębnie,

92,2 - współczynnik przeliczeniowy.

5.4.7.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch odczytów gęstości, różniących się między sobą najwyżej o 0,001.

5.4.8. Oznaczanie zawartości miedzi

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1, 19) i roztwór 1n.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- Cytrynian sodowy lub amonowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Roztwór wzorcowy miedzi przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cu^{+2} .
- Woda dwukrotnie destylowana (drugi raz z naczynia szklanego).

5.4.8.2. Wykonanie oznaczenia. Do tygla zawierającego popiół z 2 g sadzy, otrzymanego wg 5.4.2 dodać 4 krople kwasu azotowego, 8 kropli kwasu solnego (1,19), ogrzać do wrzenia i odparować do sucha. Pozostałość po odparowaniu rozpuścić w 3 ml 1n roztworu kwasu solnego i roztwór przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego. Następnie dodać 3 ml roztworu cytrynianu, 5 ml roztworu amoniaku, 5 ml roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, uzupełnić wodą destylowaną do objętości 50 ml i wymieszać. Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie roztworu badanego nie jest intensywniejsze niż równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego znajdującego się w takim samym cylindrze i zawierającego w takiej samej objętości jak próbka badana: pozostałość po odparowaniu 4 kropli kwasu azotowego i 8 kropli kwasu solnego (1,19) oraz 3 ml 1n roztworu kwasu solnego, 3 ml roztworu cytrynianu 5 ml roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i dla:

gatunków SAO i Sapex 20, Sanex 10 - 2 ml roztworu wzorcowego miedzi,

gatunku SA1 - 10 ml roztworu wzorcowego miedzi.

5.4.9. Próba na nieobecność manganu

5.4.9.1. Odczynniki

- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór około 0,5-procentowy.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4),
- Tlenek ołowiowy (PbO_2) lub ołowiawo-ołowiowy (Pb_3O_4) cz.d.a. wolny od manganu.

5.4.9.2. Wykonanie próby. Popiół otrzymany przez spalanie 2 g sadzy wg 5.4.2 rozpuścić w próbce w małej ilości 0,5-procentowego roztworu kwasu siarkowego. W razie potrzeby próbkę podgrzać nad palnikiem gazowym. Następnie do roztworu dodać PbO_2 lub Pb_3O_4 wolnych od manganu, zalać stężonym kwasem azotowym i lekko podgrzać do wrzenia nad palnikiem. W przypadku obecności manganu roztwór zabawi się na fioletowo.

5.4.10. Oznaczanie części lotnych

5.4.10.1. Przyrządy

- Tygiel porcelanowy zaopatrzone w pokrywkę.
- Elektryczny piec muflowy z termoregulatorem.
- Eksykator.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczenia. Około 1 g badanej sadzy, wysuszonej w temperaturze $105 \pm 110^\circ C$ odważyć z dokładnością do 0,0002 g w tyglu porcelanowym wyprażonym uprzednio w temperaturze około $950^\circ C$ do stałej masy, przy czym w wypadku sadzy niezagęszczonej należy stosować tygiel wysoki pojemności 38 ml, w przypadku zaś sadzy zagęszczonej i granulowanej tygiel pojemności 19 ml. Powierzchnię sadzy w tyglu przed zważeniem wyrównać stukając lekko kilka razy dnem tygla o powierzchnię stołu. Następnie przykryty tygiel wstawić do pieca ogrzanego uprzednio do temperatury około $950^\circ C$ i prażyć w nim w tej temperaturze dokładnie przez 7 min. Po upływie tego czasu tygiel należy wyjąć, umieścić w eksykatorze i po 30 min zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

5.4.10.3. Obliczanie wyników. Zawartość części lotnych (X) sadzy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (7)$$

w którym:

m - odważka sadzy, g,

m_1 - masa pozostałości po prażeniu, g.

5.4.10.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekroczyć 5% wyniku średniego.

5.4.11. Ocena wyników badań. Partię sadzy należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania wymienione w 5.1 dały wynik dodatni.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6048-01

Dotychczasowe normy. Dotychczas obowiązująca PN-58/C-97856 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1971 r.