

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-68</b> <b>6016-15</b>
	Trójasadowy siarczan ołowiaowy	
	Grupa katalogowa 1014	

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest trójasadowy siarczan ołowiaowy o wzorze  $3 \text{PbO} \cdot \text{PbSO}_4 \cdot n \text{H}_2\text{O}$  mający zastosowanie do produkcji tworzyw sztucznych jako stabilizator.

### 1.2. Normy związane

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

PN-80/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

PN-66/C-04402 Pigmenty nieorganiczne do wyrobów lakierowych. Metody badań

PN-77/C-88035 Ftalan dwuoktylu techniczny

PN-73/C-89291/14 Polichlorek winylu. Oznaczanie stabilności termicznej metodą czerwieni Kongo

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

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości składnika podstawowego i pozostałych parametrów rozróżnia się dwa gatunki trójasadowego siarczanu ołowiaowego oznaczone I i II.

**2.2. Przykład oznaczenia** trójasadowego siarczanu ołowiaowego gatunku I:

TRÓJASADOWY SIARCZAN OŁOWIAWY I BN-68/6016-15

## 3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Wygląd	biały lub białokremowy proszek bez zanieczyszczeń mechanicznych	
b) Ołowiu w przeliczeniu na $\text{PbO}$ , %, co najmniej	89	85
c) Substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym, %, najwyżej	0,1	0,3
d) Przewodność elektryczna właściwa wyciągu wodnego, $\mu\text{S}/\text{cm}$ , najwyżej <sup>1)</sup>	10	25

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	I	II
e) Wytrzymałość cieplna metodą czerwieni Kongo, min, co najmniej <sup>1)</sup>	65	65
f) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, najwyżej <sup>2)</sup>	0,05	0,05
g) Manganu ( $\text{Mn}^{2+}$ ), %, najwyżej <sup>2)</sup>	0,001	0,001
h) Miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ ), %, najwyżej <sup>2)</sup>	0,001	0,001
i) Wilgotność, %, najwyżej	0,5	0,5
j) Białość — % remisji wzorca <sup>3)</sup>	zgodnie z wzorcem $\pm 10\%$	
k) Pozostałość na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,063 mm, %, najwyżej	0,3 <sup>4)</sup>	0,5 <sup>4)</sup>
l) Pozostałość na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,04 mm, %, najwyżej <sup>3)</sup>	1,2	nie normalizuje się <sup>4)</sup>

<sup>1)</sup> Wymagania dla produktu tylko do produkcji polwinitów.  
<sup>2)</sup> Oznaczanie tylko dla przemysłu gumowego.  
<sup>3)</sup> Oznaczanie tylko na specjalne życzenie odbiorcy.  
<sup>4)</sup> Do produkcji polwinitów w poz. k) — najwyżej 0,01% w gatunkach I i II, w poz. l) w gatunku II — najwyżej 1,2%.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Trójasadowy siarczan ołowiaowy należy pakować w czterowarstwowe worki papierowe (wg PN-76/P-79005) z wkładką bitumiczną lub w opakowania innego rodzaju, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, z tym że powinny one zabezpieczać w nie mniejszym stopniu produkt przed zmianami jakości i warunkami transportu. Wszelkie opakowania powinny odpowiadać warunkom paletyzacji. Na każdym opakowaniu powinien być umieszczony trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii i opakowania,
- oznaczenie dla substancji trujących zgodnie z obowiązującymi przepisami.

**4.2. Przechowywanie.** Trójasadowy siarczan ołowiaowy należy przechowywać w suchych, przewiewnych, zamkniętych pomieszczeniach, zabezpieczających pro-

Zjednoczenie Kopalnictwa Surowców Chemicznych  
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Kopalnictwa Surowców Chemicznych dnia 25 lipca 1968 r.  
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1969 r.  
 (Mon. Pol. nr 40/1968 poz. 285)

dukt przed zmianami jakości. Zaleca się przechowywanie metodą paletyzacji.

**4.3. Transport.** Trójzasadowy siarczan ołowiu należy przewozić krytymi środkami transportowymi zabezpieczającymi go przed zmianami jakości i uszkodzeniem opakowania, z dala od produktów spożywczych. Worki powinny być układane w wagonie warstwami w sposób jak najbardziej ścisły i zabezpieczający ładunek przed możliwością przesunięcia w czasie transportu. Ewentualne luki między ścianami wagonu a ładunkiem należy wypełnić materiałem wyściółkowym. Drzwi i okna wagonu powinny być zabezpieczone przed przenikaniem wody deszczowej. Analogiczny sposób załadunku i zabezpieczenia należy stosować przy przewożeniu worków z siarczanem innymi środkami transportu. Zaleca się przewóz metodą paletyzacji.

## 5. BADANIA

**5.1. Wielkość partii.** Za partię uważa się jednorazową wysyłkę do każdego odbiorcy oddzielnie pochodzącą z jednej szarży produkcyjnej.

**5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej** — wg PN-75/C-04400.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Określenie wyglądu** należy przeprowadzić wzrokowo. 10 g badanej próbki rozsypać równą warstwą grubości około 1 mm na białym, czystym podłożu. Proszek powinien mieć barwę białą lub białokremową, nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości ołowiu w przeliczeniu na PbO**

#### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Kwas octowy cz.d.a., roztwory: 1+1 i 2-procentowy.
- Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Mieszanina chlorku sodowego cz.d.a. i kwasu solnego: do 100 cm<sup>3</sup> nasyconego roztworu chlorku sodowego dodać 30 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+1).
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.
- Jodek potasowy cz.d.a.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Skrobia cz., roztwór 1-procentowy.

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczenia.** 2 g badanej próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g, uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C, umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i zalać 40 cm<sup>3</sup> gorącego roztworu octanu amonowego z dodatkiem kilku kropli roztworu kwasu octowego (1+1). Następnie zawartość zlewki ogrzewać aż do całkowitego rozpuszczenia próbki, po czym roztwór przesączyć przez średni sączek do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>. Osad na sączku przemywać 2-procentowym roztworem kwasu octowego, a następnie gorącą wodą aż do zaniku reakcji na ołów. Zawartość kolby po ostudzeniu dopełnić do kreski, starannie wymieszać, a następnie pobrać ściśle 50 cm<sup>3</sup> roztworu i przenieść do zlewki po-

jemności 400 cm<sup>3</sup>. Roztwór w zlewce dopełnić wodą do 150 cm<sup>3</sup>, ogrzać do temperatury około 80°C i dodać 5 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu dwuchromianu potasowego. Roztwór utrzymywać w stanie wrzenia przez kilka minut, a następnie odstawić na pół godziny, po czym przesączyć przez szklany tygiel Schotta G4. Osad przemyć 2-procentowym roztworem kwasu octowego do zaniku reakcji na chromiany. Następnie osad rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> mieszaniny wg 5.3.2.1d). Tygiel przemyć kilkakrotnie gorącą wodą. Przesącz zebrać w kolbie stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>.

Po ostudzeniu zawartość kolby stożkowej dopełnić wodą do 300 cm<sup>3</sup>, dodać 1 ÷ 2 g jodku potasowego, kolbę przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić w zaciemnionym miejscu na 10 min. Następnie wydzielony jod odmiareczkować 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego do jasnozielonej barwy, dodając pod koniec miareczkowania kilka cm<sup>3</sup> roztworu skrobi.

Należy jednocześnie wykonać ślepią próbę biorąc 100 cm<sup>3</sup> mieszaniny wg 5.3.2.1d), 200 cm<sup>3</sup> wody destylowanej oraz 1 ÷ 2 g jodku potasowego. Miareczkowanie wykonać w analogiczny sposób jak w oznaczaniu właściwym.

Zawartość ołowiu w przeliczeniu na PbO ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,007441 \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot m}$$

w którym:

$V$  — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$V_1$  — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próbki, cm<sup>3</sup>,

0,007441 — ilość PbO odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N tiosiarczanu sodowego, g,

$m$  — odważka badanej próbki, g.

**5.3.2.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym**

**5.3.3.1. Wykonanie oznaczenia.** Osad na średnim sączku, uzyskany wg 5.3.2.2, umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym, wysuszyć i spalić. Tygiel wraz z zawartością prażyć przez 30 min w temperaturze 600°C, ostudzić w ekzykatorze i zważyć.

Zawartość zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w octanie amonowym ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości na sączku, g,

$m$  — odważka badanej próbki, g.

**5.3.3.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

**5.3.4. Oznaczanie przewodności elektrycznej właściwej wyciągu wodnego**

**5.3.4.1. Aparatura i przyrządy**

a) Konduktometr wyposażony w generator prądu zmiennego o częstotliwości 1000 ÷ 5000 Hz, o zakresie pomiarów 1 ÷ 10<sup>4</sup> μS.

b) Naczynko konduktometryczne.

**5.3.4.2. Odczynniki i roztwory**

a) Woda konduktometryczna o przewodności elektrycznej właściwej nie przekraczającej 10 μS/cm.

b) Wzorcowy 0,01N roztwór chlorku potasowego: 0,7459 g chlorku potasowego cz.d.a. rozpuścić w 1000 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Przewodność właściwa tego roztworu wynosi 1,27 · 10<sup>3</sup> μS/cm.

**5.3.4.3. Wykonanie oznaczania.** 10 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce o pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 100 cm<sup>3</sup> wrzącej wody konduktometrycznej, podgrzać pod przykryciem do wrzenia i gotować przez 5 min. Następnie odstawić na 1 h w celu ostudzenia i opadnięcia zawiesiny, po czym roztwór zdekantować nad osadu. Pobrać około 50 cm<sup>3</sup> roztworu i umieścić w zlewce lub kolbie o pojemności 50 cm<sup>3</sup>. Temperatura badanego roztworu powinna wynosić 20 ± 1°C. W roztworze badanym zanurzyć naczynko konduktometryczne i po upływie 5 min zmierzyć przewodność roztworu.

Równocześnie należy zmierzyć w analogicznych warunkach przewodność 100 cm<sup>3</sup> wody konduktometrycznej oraz wyznaczyć stałą naczynka na podstawie pomiaru przewodności 0,01N roztworu chlorku potasowego.

Przewodność elektryczną właściwą wyciągu wodnego badanej próbki (*X*) obliczyć w μS/cm wg wzoru

$$X = \frac{\gamma(\alpha_1 - \alpha_2)}{H \cdot m}$$

w którym:

*H* — zmierzona przewodność elektryczna 0,01N roztworu chlorku potasowego, μS,

*γ* — przewodność elektryczna właściwa 0,01N roztworu chlorku potasowego, wynosząca 1,27 · 10<sup>3</sup>, μS/cm,

*α*<sub>1</sub> — przewodność elektryczna wyciągu wodnego badanej próbki, μS,

*α*<sub>2</sub> — przewodność elektryczna wody konduktometrycznej, μS,

*m* — odważka badanej próbki, przypadająca na 100 cm<sup>3</sup> roztworu, g.

**5.3.4.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wartości wyniku mniejszego.

**5.3.5. Badanie wytrzymałości cieplnej metodą czerwieni Kongo**

**5.3.5.1. Sporządzanie folii do badań.** W moździerzu porcelanowym dokładnie rozetrzeć 3 g badanego trój-

zasadowego siarczanu ołowiawego, a następnie dodać 1 g stearyny technicznej i 60 g ftalanu dwuoktylowego (wg PN-77/C-88035). Po utarciu wsypać 136 g PCW T-70 i wszystkie składniki dokładnie wymieszać. Mieszaninę żelować na walcach laboratoryjnej w temperaturze 170°C w czasie 2 min przy szerokości szczeliny 1 mm.

**5.3.5.2. Przygotowanie próbki z arkusza folii uzyskanego wg 5.3.5.1 i badanie wytrzymałości cieplnej** — wg PN-73/C-89291/14.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza**

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 1+3.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+1.

c) Kwas solny cz.d.a. (1,19) i roztwór 1+5.

d) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

e) Roztwór wzorcowy żelaza: 0,0863 g siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+5), przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór zawiera 0,01 mg Fe<sup>3+</sup> w 1 cm<sup>3</sup>.

f) Azotan ołowiu cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 2 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce o pojemności 150 cm<sup>3</sup> i zadać 50 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego. Zawartość zlewki ogrzewać do wrzenia przez kilka minut, a następnie roztwór ostudzić i zadać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego. Po ochłodzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 200 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po opadnięciu osadu pobrać ściśle 10 cm<sup>3</sup> roztworu do cylindra Nesslera o pojemności 50 cm<sup>3</sup>, dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,19), 5 cm<sup>3</sup> roztworu rodanku amonowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Barwę tego roztworu należy porównać z barwą przygotowanego równocześnie roztworu porównawczego.

W kolbie pomiarowej o pojemności 200 cm<sup>3</sup> umieścić 20 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu azotanu ołowiawego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Następnie pobrać ściśle 10 cm<sup>3</sup> roztworu (po opadnięciu osadu) i umieścić go w cylindrze Nesslera o pojemności 50 cm<sup>3</sup> wraz z 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,19) oraz 5 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu żelaza. Zawartość cylindra dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Zawartość żelaza w badanej próbce jest zgodna z wymaganiami normy, gdy barwa badanego roztworu nie jest ciemniejsza od barwy roztworu porównawczego.

**5.3.7. Oznaczanie manganu**

**5.3.7.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+10.

b) Kwas fosforowy cz.d.a., roztwór 80-procentowy.

c) Nadjodan potasowy cz.d.a.

d) Roztwór wzorcowy manganu zawierający 0,02 mg Mn<sup>2+</sup> w 1 cm<sup>3</sup>: 0,0812 g MnSO<sub>4</sub> · 4H<sub>2</sub>O rozpuścić w wodzie, dodać 1 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego i dopełnić w kolbie pomiarowej do 1000 cm<sup>3</sup>.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 2 g badanej próbki, odważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce o pojemności 50 cm<sup>3</sup>, zalać 10 cm<sup>3</sup> roztworu

kwasu siarkowego, po czym zawartość zlewki przykrytej szkiełkiem zegarkowym ogrzewać przez 10 min. Następnie roztwór przesączyć przez mały sączek do zlewki pojemności 50 cm<sup>3</sup> i przemyć osad na sączku możliwie małą ilością wody. Zawartość zlewki uzupełnić do 15 cm<sup>3</sup>, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu fosforowego, szczyptę nadjodanu potasowego i ogrzewać do wrzenia przez 10 ÷ 15 min (przykrywając uprzednio zlewkę szkiełkiem zegarkowym). Barwę roztworu porównać z barwą roztworu porównawczego wykonanego w następujący sposób: w zlewce pojemności 50 cm<sup>3</sup> umieścić 15 cm<sup>3</sup> wody, 1 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu manganu, 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, dodać szczyptę nadjodanu potasowego i ogrzewać do wrzenia przez 10 ÷ 15 min pod przykryciem.

Zawartość manganu w próbce badanej odpowiada wymaganiom normy, gdy barwa roztworu porównawczego nie jest ciemniejsza od barwy roztworu badanego.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości miedzi

#### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- b) Chloroform cz.d.a.
- c) Dwuchinolil (kuproina) cz., roztwór 0,1-procentowy w chloroformie (do sporządzenia roztworu należy użyć świeżo przedestylowanego chloroformu).
- d) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.
- e) Alkohol etylowy, roztwór 95-procentowy.
- f) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- g) Wzorcowy roztwór miedzi zawierający 0,01 mg Cu<sup>2+</sup> w 1 cm<sup>3</sup>; 0,03928 g CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O rozpuścić w wodzie, dodając 1 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego (1,84) i dopełnić w kolbie pomiarowej do 1000 cm<sup>3</sup>.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 1 g badanej próbki, zważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 100 cm<sup>3</sup> i zadać 20 cm<sup>3</sup> nasyconego roztworu octanu amonowego. Po rozpuszczeniu próbki i ostudzeniu roztwór przenieść do małego rozdzielacza, dodać kilka miligramów chlorowodoru hydroksyloaminy, 2 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchinolilu i 5 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego. Zawartość rozdzielacza wytrząsać przez

2 min, a po rozdzieleniu się warstw porównać barwę dolnej warstwy z barwą dolnej warstwy roztworu porównawczego sporządzonego w następujący sposób. W rozdzielaczu należy umieścić 1 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu miedzi, 50 cm<sup>3</sup> wody, kilka miligramów chlorowodoru hydroksyloaminy, 2 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchinolilu i 5 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego. Zawartość rozdzielacza wytrząsać przez 2 min, a po oddzieleniu warstw porównać zabarwienie dolnej warstwy. Zawartość miedzi w próbce badanej odpowiada wymaganiom normy, gdy barwa roztworu badanego nie jest ciemniejsza od barwy roztworu porównawczego.

**5.3.9. Oznaczanie wilgotności.** Oznaczanie zawartości wilgoci wykonać zgodnie z PN-80/C-04401 p. 2.4.

### 5.3.10. Określanie białości

#### 5.3.10.1. Aparatura

- a) Leukometr firmy C. Zeiss.
- b) Wzorce białości cechowane przez firmę C. Zeiss.

**5.3.10.2. Wykonanie oznaczania.** Określanie białości wykonać przy pomocy leukometru w następujący sposób. Włączyć przyrząd do sieci i po 15 min ustalić punkt zerowy, używając jako wzorców białości cechowanych próbek siarczanu barowego. Następnie umieścić badaną próbkę trójzasadowego siarczanu ołowiawego w płaskim naczynku pomiarowym napełniając je całkowicie, po czym wyrównać dokładnie powierzchnię próbki za pomocą stopki szklanej. Naczynko wraz z próbką umieścić w przyrządzie i wykonać pomiar, odczytując odpowiednią wartość w procentach. Pomiar przeprowadzić przy użyciu filtra niebieskiego.

Dopuszcza się określenie białości wg PN-66/C-04402 p. 2.1 z zastosowaniem 4 g badanego produktu i 0,1 g błękitu ultramarynowego. Wzorec trójzasadowego siarczanu ołowiawego powinien być uzgodniony między dostawcą i odbiorcą.

**5.3.11. Oznaczanie pozostałości na sicie** należy wykonać zgodnie z PN-80/C-04401 p. 2.3.3, stosując odważkę 20 g badanej próbki, alkohol etylowy (roztwór 96-procentowy) jako ciecz zwilżającą, a wodę jako ciecz wymywającą.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

Wydanie 2 — stan aktualny: wrzesień 1984 — uaktualniono normy związane oraz usunięto rozdz. 6. Postanowienia przejściowe.