

PRODUKTY CHEMICZNE NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Nawozy sztuczne	6019-08
	Wapno magnezowe	Zamiast ¹⁾
		Grupa katalogowa X 15 ²⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wapno magnezowe otrzymywane jako odpad (żużel) przy produkcji tlenku cynku oraz jako szlam odpadowy przy flotacji rud cynkowo-ołowionych i miedziowych, którego głównymi składnikami są tlenki względnie węglany wapnia i magnezu.

Wapno magnezowe zawiera ponadto pożyteczne domieszki cynku, miedzi, manganu i kobaltu.

1.2. Zastosowanie. Wapno magnezowe stosowane jest do chemicznej melioracji gleby kwaśnej.

1.3. Normy związane

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

PN-74/C-87007.05 Nawozy sztuczne wapniowe. Nawozy węglanowe

PN-70/H-04900 Surowce metali nieżelaznych. Pobieranie i przygotowanie próbek do sprawdzenia składu chemicznego

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od pochodzenia różni się trzy rodzaje wapna magnezowego:

a) wapno magnezowe tlenkowe - otrzymywane jako odpad (żużel) przy produkcji tlenku cynku w piecach przewałowych,

b) wapno magnezowe węglanowe - otrzymywane jako szlam odpadowy przy flotacji rud cynkowo-ołowionych,

c) wapno węglanowe pomiedziowe - otrzymywane jako szlam odpadowy przy flotacji rud miedzi.

2.2. Przykład oznaczenia

a) wapna magnezowego tlenkowego:

WAPNO MAGNEZOWE TLENKOWE 50% CaO+MgO

BN-71/6019-08 SWW 1432-19

¹⁾ ZN-67/MPC-MN-02821, ZN-67/MPC-MN-02822, ZN-68/MPC-MN-02825.

²⁾ Symbol wg SWW: 1432-19, 1432-225 i 1432-229.

b) wapna magnezowego węglanowego:

WAPNO MAGNEZOWE WĘGLANOWE 40% CaO+MgO
BN-71/6019-08 SWW 1432-225

c) wapna węglanowego pomiedziowego:

WAPNO WĘGLANOWE POMIEDZIOWE 30% CaO+MgO
BN-71/6019-08 SWW 1432-229

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne podano w tabl. 1.

Tablica 1

Rodzaj	Wymagania
Wapno magnezowe tlenkowe	powinno być suche, sypkie, ostudzone do temperatury umożliwiającej jego przewóz i wyładowywanie, dające się wysiewać ręcznie lub mechanicznie; wapno nie powinno zawierać brył, poza samorozpadowymi
Wapno magnezowe węglanowe	powinno dać się wysiewać mechanicznym rozrzutnikiem
Wapno węglanowe pomiedziowe	powinno się dać wysiewać mechanicznie

3.2. Wymagania szczegółowe podano w tabl. 2.

Tablica 2

Wymagania	Wapno magnezowe tlenkowe	Wapno magnezowe węglanowe	Wapno węglanowe pomiedziowe
Łączna zawartość wapnia i magnezu w przeliczeniu na tlenki (w tym MgO dla wapna magnezowego tlenkowego i węglanowego 10+20%), %, nie mniej niż	50,0 ¹⁾	40,0 ¹⁾	30,0
Zawartość ołowiu (Pb), %, nie więcej niż	0,3	0,4	0,1
Zawartość siarki siarczkowej rozpuszczalnej w wodzie w przeliczeniu na SO ₄ , %, nie więcej niż	1,5	1,0	-
Zawartość wody (H ₂ O), %, nie więcej niż	-	20,0	25,0 ²⁾

Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych METALE
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego
Metali Nieżelaznych dnia 18 stycznia 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie
produkcji od dnia 13 maja 1971 r. (Mon. Pol. nr 27/1971, poz. 179)

cd. tabl. 2

Wymagania	Wapno magnezowe tlenkowe	Wapno magnezowe węglanowe	Wapno węglanowe pomiedziowe
Przesiew przez sito o boku oczka kwadratowego 0,32 mm, %, nie mniej niż	—	80,0 ³⁾	80,0
<p>Wyniki analiz w zestawieniu z wartościami liczbowymi należy zaokrąglić zgodnie z PN-70/N-02120.</p> <p>1) Dopuszczalna odchyłka łącznej zawartości CaO+MgO może wynosić dla wapna magnezowego tlenkowego -5%, wapna magnezowego węglanowego -2%.</p> <p>2) Dopuszczalne maksymalne odstępstwo +2%.</p> <p>3) Dopuszczalne maksymalne odstępstwo -10%.</p>			

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie i transport. Wapno magnezowe należy przewozić luzem w czystych i uszczelnionych wagonach otwartych lub innych środkach transportowych.

4.2. Przechowywanie. Wapno magnezowe należy przechowywać na składowiskach do tego celu przeznaczonych. Wapno odpadowe wymaga przyzwomienia i pozostawienia bez przykrycia.

5. BADANIA

5.1. Program badań

- ogłędziny zewnętrzne,
- oznaczanie zawartości wapnia i magnezu,
- oznaczanie zawartości ołowiu,
- oznaczanie zawartości siarki siarczkowej rozpuszczalnej w wodzie,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie przesiewu.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi wapno jednego rodzaju i jednej wysyłki. Masy partii nie ogranicza się.

5.3. Pobieranie próbek

5.3.1. Pobieranie próbek w czasie ładowania lub rozładunku. Jeżeli w miejscu załadunku lub rozładunku zainstalowane są mechaniczne urządzenia transportowe, należy próbki pobierać okresowo z tych urządzeń (ręcznie lub automatycznie) do przeznaczonego do tego celu naczynia. Wielkość próbki ogólnej pobranej z jednej partii wysyłkowej powinna wynosić około 50 kg.

5.3.2. Pobieranie próbek bezpośrednio z wagonów. Próbki należy pobierać z każdego wagonu wg schematu „pojedynczej koperty” dla wagonów dwuosioowych i wg schematu „potrójnej koperty” dla wagonów czterosioowych. Odległość pomiędzy miejscami pobierania próbek powinna wynosić $1,5 \pm 2$ m. Próbki należy pobierać próbnikiem wg PN-74/C-60008, po wbiciu go na całą głębokość warstwy.

5.4. Przygotowanie próbki do sprawdzenia składu chemicznego należy wykonać wg PN-70/H-04900.

5.5. Opis badań

5.5.1. Ogłędziny zewnętrzne, polegające na sprawdzeniu postaci wapna i pozostałych wymagań - wg tabl. 1.

5.5.2. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu należy wykonać w przypadku wapna magnezowego tlenkowego i magnezowego węglanowego wg zał. 1, a w przypadku wapna węglanowego pomiedziowego wg PN-74/C-87007.05.

Dopuszcza się inne metody gwarantujące wymaganą dokładność oznaczania.

5.5.3. Oznaczanie zawartości ołowiu należy wykonać w przypadku wapna magnezowego tlenkowego i magnezowego węglanowego wg zał. 2 rozdz. 1, a w przypadku wapna węglanowego pomiedziowego wg zał. 2 rozdz. 2.

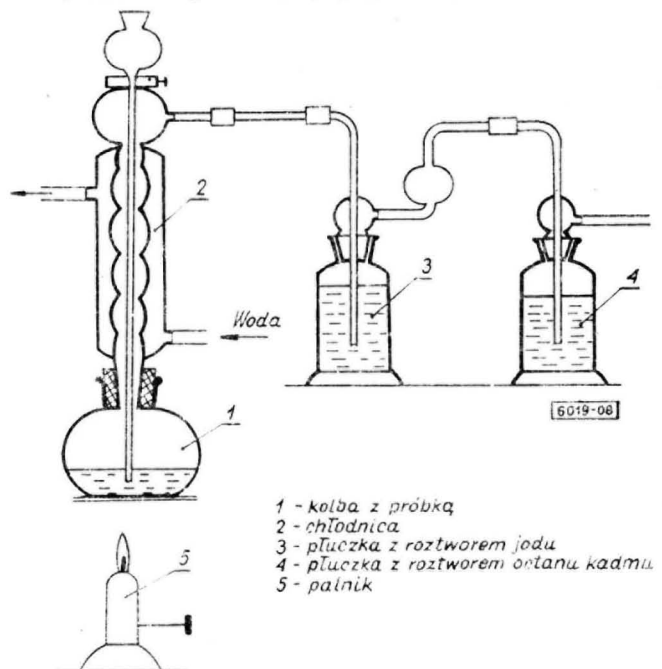
Dopuszcza się inne metody gwarantujące wymaganą dokładność oznaczania.

5.5.4. Oznaczanie zawartości siarczków rozpuszczalnych w wodzie

5.5.4.1. Zasada oznaczania. Ługowanie próbki wodą, wydzielenie siarkowodoru z przesączonego roztworu działaniem kwasu solnego, redukcja jodu do jodowodoru i odmiareczkowanie nadmiaru jodu tiosiarczanem sodowym.

5.5.4.2. Aparatura i przyrządy

- Rotator.
- Zestaw aparatury (wg rysunku).



- kolba z próbką
- chłodnica
- płuczka z roztworem jodu
- płuczka z roztworem octanu kadmu
- palnik

5.5.4.3. Odczynniki i roztwory

- Chlorek cynawy, roztwór w kwasie solnym: 30 g chlorku cynawego rozpuścić w 500 cm³ kwasu solnego (1,18),
- Octan kadmowy, roztwór: 4 g octanu kadmowego rozpuścić w 66 cm³ kwasu octowego (80-procentowego) i dopełnić wodą do 1 dm³,
- Jod sublimowany, roztwór 0,1N,
- Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,1N,

- e) Skrobia, roztwór 0,5-procentowy,
f) Dwutlenek węgla.

5.5.4.4. Wykonanie oznaczania. 1,000 g próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 50 cm³ wody, zatkać korkiem i ługować na rotatorze przez 1 godz. Roztwór przesączyć, a osad przemyć wodą tak, aby ogólna ilość przesącza wynosiła około 100 cm³. Przesącz umieścić w kolbie pojemności 300 cm³ i połączyć poprzez chłodnicę z płuczką absorpcyjną zawierającą 20 cm³ roztworu jodu rozcieńczonego do 200 cm³ wodą. Za płuczką umieścić bezpiecznik z 5 cm³ roztworu octanu kadmowego rozcieńczonego do 20 cm³ wody.

Do kolby wlać z rozdzielacza 25 cm³ roztworu chlorku cynawego z kwasem solnym. Przez 1 min pozostawić bez ogrzewania, a następnie ogrzewać do wrzenia i gotować przez 10 min. Odstawić palnik, zawartość kolby ostudzić przepuszczając przez cały czas przez aparaturę słaby strumień dwutlenku węgla.

Po całkowitym wydzieleniu się siarkowodoru odłączyć kolbę, roztwór jodu i octanu kadmu zebrać razem do jednej kolby i miareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarcznanu sodowego wobec skrobi.

5.5.4.5. Obliczanie wyników. Zawartość siarki siarczkowej (X) rozpuszczalnej w wodzie obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0048 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V_1 - objętość 0,1N roztworu jodu wzięta do absorpcji, cm³,
 V_2 - objętość 0,1N roztworu tiosiarcznanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
 m - odważka próbki, g,
0,0048 - ilość siarki w przeliczeniu na SO₄, odpowiadająca 1 cm³ roztworu, g.

5.5.4.6. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać przy zawartości siarki:

- do 0,5% - 0,05%,
powyżej 0,5 do 1,0% - 0,10%,
powyżej 1,0 do 1,5% - 0,15%.

5.5.4.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z 5.5.4.6.

5.5.5. Oznaczanie zawartości wody

5.5.5.1. Zasada metody. Suszenie próbki w temperaturze 105°C i określenie wagowe ubytku masy próbki.

5.5.5.2. Aparatura. Suszarka elektryczna z regulacją temperatury.

5.5.5.3. Wykonanie oznaczania. 500 g próbki rozłożyć równą warstwą na tacy i wstawić do suszarki ogrzanej do temperatury 105°C. Suszyć do uzyskania stałej masy. Po wyjęciu z suszarki próbkę ostudzić do temperatury pokojowej i zważyć z dokładnością do 1 g.

5.5.5.4. Obliczanie wyników. Zawartość wody (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m - masa próbki przed suszeniem, g,
 m_1 - masa próbki po suszeniu, g.
Za wynik przyjąć wynik jednego oznaczania.

5.5.6. Oznaczanie przesiewu

5.5.6.1. Przyrządy

- Sito o boku oczka kwadratowego 0,32 mm.
- Naczynie zbierające.
- Wstrząsarka mechaniczna.

5.5.6.2. Wykonanie oznaczania. Około 2 kg wapna pobranego z próbki ogólnej umieścić w suszarce i suszyć tak, aby zawartość wody zmniejszyła się do około 10%. Następnie odważyć 100 g podsuszonego wapna i wyspać na sito o boku oczka kwadratowego 0,32 umieszczone nad naczyniem zbierającym. (W przypadku wapna magnezowego tlenkowego oznaczenie należy wykonać bezpośrednio z próbki ogólnej bez podsuszania). Sito zamknąć pokrywą, całość umieścić na wstrząsarce mechanicznej i wytrząsać przez 15 min. Dopuszcza się przetarcie pozostałości na sicie pędzelkiem lub palcem. W przypadku braku wstrząsarki dopuszczalne jest przesiewanie ręczne. Zawartość przesiewu (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m_2 - masa przesiewu, g,
 m - odważka próbki, g.
Za wynik przyjąć wynik jednego oznaczania.

5.6. Zaświadczenie jakości. Do każdej partii wapna należy dołączyć atest zawierający stwierdzenie zgodności z normą oraz co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórcy,
- nazwę materiału,
- masę partii,
- numer normy.

K O N I E C

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI WAPNIA I MAGNEZU W WAPNIE MAGNEZOWYM
TLENKOWYM I W WAPNIE MAGNEZOWYM WĘGLANOWYM

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach, oddzielenie krzemionki i stopienie pozostałości. Wytrącenie kationów przeszkadzających urotropiną i dwuetylodwutiokarbaminianem sodowym oraz zmiareczkowanie wapnia i sumy wapnia i magnezu roztworem wersenianu sodowego wobec fluoreksonu i tymoloftaleksonu.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory: 1+1, 1+5,
- b) Kwas azotowy (1,4),
- c) Kwas fluorowodorowy (1,13),
- d) Kwas siarkowy (1,83),
- e) Węglan sodowo-potasowy,
- f) Wodorotlenek potasowy, roztwór 20-procentowy,
- g) Urotropina, roztwór 30-procentowy,
- h) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy, roztwór 10-procentowy,
- i) Cyjanek potasowy,
- j) Roztwór buforowy (pH=10): 54 g chlorku amonowego rozpuścić w małej objętości wody, dodać 350 cm³ amoniaku (0,91), rozcieńczyć do 1 dm³,
- k) Tropeolina 0, roztwór wodny 0,1-procentowy,
- l) Wskaźnik mieszany do miareczkowania wapnia: 0,20 g fluoreksonu i 0,12 g tymoloftaleksonu rozetrzeć dokładnie z 20 g azotanu potasowego,
- m) Tymoloftaleksn: mieszanina z azotanem potasowym w stosunku 1:100,
- n) Komplekson III, roztwór 0,1M: 37,24 g wersenianu dwusodowego rozpuścić w wodzie i uzupełnić do objętości 2 dm³.

Określenie miana roztworu kompleksonu III: odważyć około 0,02 g magnezu metalicznego (99,99%) z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5), dodać 30 cm³ buforu amoniakalnego, szczyptę cyjanku oraz tymoloftaleksonu i miareczkować na zimno roztworem wersenianu do zaniku niebieskiego zabarwienia. Miano roztworu obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{m}{V}$$

w którym:

- m - odważka magnezu, g,
 V - objętość zużytego roztworu wersenianu, cm³.

3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki do zlewki pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą, dodać 20 cm³ kwasu solnego (1,18) i ogrzewać w ciągu 10 min. Dodać 10 cm³ kwasu azotowego, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać do ukończenia burzliwej reakcji. Zdjąć szkiełko, zmyć wodą i odparować do sucha. Pozostałość zwilżyć 5 cm³ kwasu solnego (1,18), dodać 50 cm³ gorącej wody i ogrzać do wrzenia.

Roztwór przesączyć przez sączek średni do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³. Osad na sączku

przemyc gorącą zakwaszoną kwasem solnym wodą, a następnie samą wodą.

Sączek z osadem spalić i wyżarzyć w tyglu platynowym, dodać 10 cm³ kwasu fluorowodorowego, 1 cm³ kwasu siarkowego, ogrzewać do odpędzenia białych par. Tygiel ostudzić, ścianki zmyć wodą i ponownie ogrzać do całkowitego odparowania. Pozostałość stopić z 6 g węglanu sodowo-potasowego, rozpuścić w roztworze kwasu solnego (1+1) i roztwór po niewielkim zagęszczeniu dołączyć do pierwszego przesącza. Do tak otrzymanego roztworu dodać kroplami roztwór wodorotlenku potasowego do uzyskania pH=3+4, ogrzać do 70°C, wytrącić wodorotlenki za pomocą 15÷20 cm³ roztworu urotropiny. Całość pozostawić na 30 min, a następnie dodawać kroplami 20÷40 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i pozostawić na 30 min w ciepłym miejscu do skoagulowania osadu.

W przypadku wystarczającej ilości odczynnika strącającego osad jest zbity, a roztwór ponad nim klarowny. Ilościowe wytrącenie należy sprawdzić przez dodanie kilku kropli roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu. Po ostudzeniu roztwór rozcieńczyć do kreski i odsączyć przez suchy fałdowany sączek do suchej zlewki dla oznaczania zawartości wapnia i magnezu.

4. Miareczkowanie wapnia. Z przesączonego roztworu odmierzyć kolbą pomiarową 200 cm³ do zlewki o pojemności 600 cm³, zagęścić do objętości 100 cm³. Po ostudzeniu roztworu dodać dwie krople tropeoliny, następnie roztworu wodorotlenku potasowego do zmiany zabarwienia żółtego w różowe, 0,3 g cyjanku potasowego, szczyptę mieszanego wskaźnika i miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany zabarwienia z ciemnozielonego w malinoworóżowe.

5. Obliczanie wyników. Zawartość wapnia (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V_1 \cdot K \cdot 1,648 \cdot 2,5}{m} \cdot 100$$

w którym:

- V_1 - objętość roztworu kompleksonu III użyta do miareczkowania, cm³,
 K - ilość magnezu odpowiadająca 1 cm³ kompleksonu III, g,
 1,648 - stosunek mas atomowych wapnia i magnezu,
 m - odważka próbki, g.

6. Miareczkowanie sumy wapnia i magnezu. Do drugiej zlewki pojemności 400 cm³ odmierzyć kolbą pomiarową 200 cm³ roztworu i zagęścić do objętości 100 cm³. Do zimnego roztworu dodać 20 cm³ roztworu buforowego, 0,3 g cyjanku potasowego oraz szczyptę tymoloftaleksonu. Miareczkować roztworem kompleksonu III sumę wapnia i magnezu do zaniku

niebieskiego zabarwienia (przejście w lekko żółte).

7. Obliczanie wyników. Zawartość magnezu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot K \cdot 2,5}{m} \cdot 100$$

w którym:

V_1 - objętość roztworu kompleksonu III użyta do miareczkowania wapnia, cm^3 ,

V_2 - objętość roztworu kompleksonu III użyta do miareczkowania sumy wapnia i magnezu, cm^3 ,

K - ilość magnezu odpowiadająca 1 cm^3 roztworu kompleksonu III, g,

m - odważka próbki, g.

8. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości wapnia:

do 10% - 0,10%

powyżej 10 do 20% - 0,20%

powyżej 20% - 0,30%

przy zawartości magnezu 1 do 5% - 0,1%

powyżej 5 do 10% - 0,3%.

ZALĄCZNIK 2

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI OŁOWIU

1. Metoda oznaczania zawartości ołowiu w wapnie magnezowym tlenkowym i wapnie magnezowym węglanowym

1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i azotowym, zredukowanie żelaza kwasem askorbinowym i polarograficzne oznaczanie ołowiu w roztworze chlorku sodowego.

1.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1+1.

b) Kwas azotowy (1,40) i roztwór 1+1.

c) Kwas askorbinowy, roztwór 2-procentowy (świeżo przygotowany).

d) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

e) Żelatyna, roztwór 0,5-procentowy (świeżo przygotowany).

f) Roztwór buforowy: 385,4 g octanu amonowego i 358 cm^3 kwasu octowego (80-procentowego) w 1 dm^3 roztworu.

g) Roztwór podstawowy: 200 g chlorku sodowego i 0,1 g kleju stolarskiego rozpuścić w zlewce w 800 cm^3 wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , dodać 15 cm^3 roztworu buforowego, 2 cm^3 0,1-procentowego roztworu oranżu metylowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać ($\text{pH}=3+3,5$).

h) Roztwór wzorcowy ołowiu: 0,500 g metalicznego ołowiu o zawartości minimum 99,99% Pb (w postaci wiórek) umieścić w zlewce pojemności 400 cm^3 i rozpuścić w 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego (1+1). Roztwór odparować do objętości 2+3 cm^3 , dodać 5 cm^3 kwasu solnego (1,18) i ponownie odparować do małej objętości. Odparowanie powtarzać jeszcze z 5 cm^3 kwasu solnego (1,18). Do otrzymanego chlorku ołowianego dodać 250 cm^3 roztworu kwasu solnego (1+1), podgrzać do temperatury 60°C. Następnie przelać roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , ochłodzić, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm^3 roztworu zawiera 0,5 mg ołowiu.

1.3. Wykonanie oznaczania. 2 g próbki rozpuścić w zlewce pojemności 250 cm^3 w 20 cm^3 wody królew-

skiej i odparować do sucha. Do suchej pozostałości dodać 5 cm^3 kwasu solnego (1,18) i odparować, tak aby osad pozostał jeszcze wilgotny, zlewkę ostudzić, dodać 10 cm^3 roztworu kwasu askorbinowego i odstawić na 5 min. Następnie dodać 100 cm^3 roztworu podstawowego, zawartość zlewki przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 , uzupełnić do kreski roztworem podstawowym i dokładnie wymieszać.

Część roztworu przelać do naczynka polarograficznego i wykonać rejestrację fali ołowiu w zakresie potencjału od -0,15 do -0,4 V, przy odpowiednio dobranej czułości galwanometru. Dla określenia zawartości ołowiu w badanej próbce należy równolegle przygotować próbkę zawierającą roztwór wzorcowy ołowiu dodany przed rozpuszczeniem próbki.

Ilość ołowiu dodana z roztworem wzorcowym powinna wynosić 0,8 ÷ 1,2 zawartości ołowiu w próbce badanej.

1.4. Obliczanie wyników. Zawartość ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{h \cdot b}{m(H-h)} \cdot 100$$

w którym:

h - wysokość fali ołowiu otrzymana z próbki bez wzorca, mm,

H - wysokość fali ołowiu otrzymana z próbki ze wzorcem, mm,

b - ilość gramów ołowiu dodana z roztworem wzorcowym,

m - odważka próbki, g.

1.5. Dopuszczalna różnica między równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać przy zawartości ołowiu:

0,02 do 0,10% - 0,005%

powyżej 0,10 do 0,40% - 0,010%.

2. Metody oznaczania ołowiu w wapnie węglanowym pomiedziowym

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, oddzielenie miedzi przez cementację żelazem zredukowanym wodorem i oznaczanie polarograficzne zawartości ołowiu w roztworze kwasu solnego.

2.2. Aparatura. Polarograf z kompletnym wyposażeniem.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwory: 1+1 i 2+1.
 b) Kwas azotowy (1,40) i roztwór 1+1.
 c) Żelazo zredukowane wodorem (proszek).
 d) Żelatyna, roztwór 0,05-procentowy.
 e) Wzorcowy roztwór ołowiu: 1,000 g drobnych wiórków ołowiu (99,99%) rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ w 20 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1). Roztwór odparować do małej objętości (2÷3 cm³), dodać 15 cm³ kwasu solnego (1,18) i ponownie odparować do małej objętości. Odparowanie przeprowadzać jeszcze dwa razy z 5 cm³ kwasu solnego. Do otrzymanego roztworu chlorku ołowiu dodać 250 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1). Jeśli przy tym strąca się kryształki chlorku ołowiowego, roztwór ogrzać do ich rozpuszczenia. Następnie przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać jeszcze 250 cm³ tego samego kwasu solnego, ostudzić, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 0,001 g ołowiu.

2.4. Wykonanie oznaczania. 2 g drobno roztartej próbki rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 25 cm³ kwasu solnego (1,18), 10 cm³ kwasu azotowego (1,40) i odparować prawie do su-

cha. Następnie dodać 30 cm³ roztworu kwasu solnego (2+1) i gotować przez 25 min. Po ostudzeniu do temperatury pokojowej roztwór wraz z osadem przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, spłukując resztę osadu 50 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1). Roztwór uzupełnić wodą do kreski, starannie wymieszać i pozostawić do opadnięcia osadu. Z klarownego roztworu pobrać do suchej kolby lub zlewki 30÷40 cm³ roztworu, dodać 0,5 g sproszkowanego żelaza zredukowanego wodorem do odbarwienia się roztworu. Następnie odsączyć nadmiar żelaza, odmierzyć do suchej zlewki 25÷30 cm³ przesącza, dodać 4 krople roztworu żelatyny i natychmiast polarografować.

Rejestrację fali ołowiu przeprowadzać w zakresie potencjałów 0,4 ÷ 0,8 V, dobierając odpowiednią czułość galwanometru. Równolegle przeprowadzić oznaczanie zawartości ołowiu w próbce z dodatkiem wzorcowego roztworu ołowiu w ilości 0,8÷1,2 przypuszczalnej zawartości w próbce badanej.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość ołowiu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{h \cdot b}{(H-h) \cdot m} \cdot 100$$

w którym:

- h - wysokość fali próbki badanej bez dodatku wzorca, mm,
 H - wysokość fali próbki badanej z dodatkiem wzorca, mm,
 b - zawartość ołowiu w dodanej objętości roztworu wzorcowego, g,
 m - odważka próbki, g.

2.6. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać przy zawartości ołowiu 0,02÷0,10% - 0,01%.

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania IV. Wprowadzono zmianę 4 ogłoszoną w Biuletynie PKNiM nr 6 z 1978 r.