

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Zasadowy dwusiarczan ołowiawy	6016-09
		Zamiast BN-66/6016-09
		Grupa katalogowa X-18

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest zasadowy dwusiarczan ołowiawy o wzorze $2PbSO_4 \cdot Pb(OH)_2$, mający zastosowanie w produkcji wyrobów lakierowych przeciwrdzewnych.

2. OZNACZENIE

ZASADOWY DWUSIARCZAN OŁOWIAWY
BN-76/6016-09

3. WYMAGANIA I BADANIA

3.1. Zestawienie wymagań i metod badań

Wymagania ¹⁾	Metody badań wg
a) Wygląd	zgodnie z 3.5
b) Siarczanu ołowiawego jako $PbSO_4$, %	67—76 3.6
c) Ołowiu w przeliczeniu na PbO , %, co najmniej	75 3.7
d) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,5 PN-71/C-04401 p. 2.6.5 z naważki 5 g
e) Substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym, %, najwyżej	0,7 3.8
f) Liczba olejowa	8 ÷ 20 PN-71/C-04401
g) Wilgotność, %, najwyżej	1,0 PN-71/C-04401
h) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %, najwyżej	0,5 PN-71/C-04401 p. 2.4.3 z naważki 10 g
i) Białość, %, co najmniej	75 PN-70/C-04425 p. 2.3.2
k) pH wyciągu wodnego	5,0 ÷ 6,7 PN-71/C-04401

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

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

Badanie pełne polega na sprawdzeniu zgodności z wszystkimi wymaganiami wymienionymi w 3.1.

Badanie niepełne polega na sprawdzeniu zgodności z wymaganiami dotyczącymi:

- substancji rozpuszczalnych w wodzie,
- substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym,
- wilgotności,
- pozostałości po przesiewie,
- pH wyciągu wodnego.

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

Badaniom niepełnym należy poddać każdą partię zasadowego dwusiarczanu ołowiawego.

3.3. Wielkość partii. Partię stanowi zasadowy dwusiarczan ołowiawy o masie nie przekraczającej 5000 kg, przedstawiony jednorazowo do odbioru przez producenta.

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

3.5. Określenie wyglądu przeprowadza się niezbrojonym okiem na wybranym losowo co 5 opakowaniu. Przy wysyłce do 5 opakowań należy sprawdzić wygląd siarczanu w każdym opakowaniu. Zasadowy dwusiarczan ołowiawy powinien mieć postać miękkiego, białego proszku. Dopuszcza się odcień kremowy. Proszek ten nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych, a występujące grudki powinny dać się rozetrzeć w palcach.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw i Farb

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw i Farb
dnia 3 listopada 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1977 poz. 8)

3.6. Oznaczanie zawartości siarczynu ołowiawego jako $PbSO_4$

3.6.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu wodorotlenku ołowiawego w kwasie octowym, zmniejszeniu rozpuszczalności osadu siarczynu ołowiawego przez dodanie alkoholu etylowego, a następnie odsączeniu i wysuszeniu tego osadu.

3.6.2. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy cz.d.a., roztwór 96-procentowy i 25-procentowy.
- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- Kwas octowy cz.d.a., roztwory 10-procentowy i 1-procentowy.

3.6.3. Wykonanie oznaczania. Około 1 g badanej próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g, uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze $100 \div 105^\circ C$, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i zadać 30 cm³ 10-procentowego roztworu kwasu octowego. Zawartość zlewki podgrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie 10 min, po czym oziębic, dodać 15 cm³ 96-procentowego roztworu alkoholu etylowego i pozostawić na 2 godz. Następnie zawartość zlewki przesączyć przez uprzednio wysuszony w $100 \div 105^\circ C$ i zważony z dokładnością do 0,0002 g tygiel Schotta G4. Osad przemywać 25-procentowym roztworem alkoholu etylowego z dodatkiem 1-procentowego roztworu kwasu octowego aż do zaniku reakcji na ołów w przesączu (sprawdzić jodkiem potasowym). Następnie osad przemyć dwoma porcjami po 10 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego. Tygiel wraz z zawartością wysuszyć w temperaturze $100 \div 105^\circ C$ do stałej masy, pozostawić do ostygnięcia w ekzykatorze i zważyć. Zawartość siarczynu ołowiawego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} - X_3$$

w którym:

- m_1 — masa osadu, g,
- m — odważka badanej próbki, g,
- X_3 — zawartość substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym oznaczona wg 3.8, %.

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

3.7. Oznaczanie zawartości ołowiu w przeliczeniu na PbO

3.7.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu próbki w octanie amonowym, wytrąceniu ołowiu w postaci chromianu, rozpuszczeniu odsączonego chromianu w chlorku sodowym i zmiarowaniu tiosiarczanem.

3.7.2. Odczynniki i roztwory

- Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Jodek potasowy cz.d.a.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.
- Mieszanina chlorku sodowego cz.d.a. i kwasu solnego cz.d.a., przygotowana przez zmieszanie 100 cm³ nasyconego roztworu chlorku sodowego i 30 cm³ roztworu 1+1 kwasu solnego.
- Mieszanina octanu sodowego cz.d.a. i kwasu octowego cz.d.a., przygotowana przez zmieszanie 100 cm³ nasyconego roztworu octanu sodowego w 5-procentowym roztworze kwasu octowego i 20 cm³ kwasu octowego roztwór 1+2.
- Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

3.7.3. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanej próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g, uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze $100 \div 105^\circ C$, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³ i dodać 200 cm³ gorącego nasyconego roztworu octanu amonowego. Następnie zawartość zlewki ogrzać aż do rozpuszczenia próbki, po czym roztwór przesączyć przez średni sączek do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³.

Osad na sączku przemyć gorącą wodą aż do zaniku reakcji na ołów.

Zawartość kolby po ostudzeniu dopełnić wodą do kreski, starannie wymieszać, a następnie pobrać 25 cm³ roztworu i przenieść do zlewki pojemności 400 cm³. Roztwór dopełnić wodą do 150 cm³, ogrzać do temperatury około $80^\circ C$ i dodać 5 cm³ 10-procentowego roztworu dwuchromianu potasowego. Roztwór utrzymywać w stanie wrzenia przez kilka minut, a następnie odstawić na pół godziny, po czym roztwór przesączyć przez twardy sączek. Osad przemyć mieszaniną octanu sodowego z kwasem octowym, aż do zaniku reakcji na chromiany. Następnie osad rozpuścić na sączku w 100 cm³ roztworu chlorku sodowego w kwasie solnym. Przesącz zebrać w kolbie stożkowej pojemności 500 cm³. Sączek przemyć kilkakrotnie gorącą wodą. Po ostudzeniu zawartość kolby dopełnić ją wodą do 300 cm³, dodać 1 ÷ 2 g jodku potasowego, kolbę przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić w zaciemnione miejsce na 10 min. Następnie wydzielony jod zmiareczkować 0,1 N roztworem tiosiarczynu sodowego do jasnozielonej barwy bez niebieskiego odcienia, dodając pod koniec miareczkowania kilka cm³ roztworu skrobi.

Zawartość ołowiu (X_2) w przeliczeniu na PbO obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,007441 \cdot 1000 \cdot 100}{25 \cdot m}$$

w którym:

- V — objętość 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,
 0,007441 — ilość tlenku ołowianego PbO odpowiadająca 1 cm^3 , 0,1 N tiosiarczanu sodowego, g,
 m — masa zasadowego dwusiarczanu ołowianego, g.

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

3.8. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym.

3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
 b) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 80-procentowy i 1-procentowy.
 c) Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.

3.8.2. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0002 g, uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$, umieścić w zlewce pojemności 250 cm^3 i dodać 20 cm^3 nasyconego roztworu octanu amonowego z dodatkiem kilkunastu kropeł 80-procentowego roztworu kwasu octowego. Zawartość zlewki gotować przez 10 min aż do rozpuszczenia próbki. W przypadku gdy to nie nastąpi, wlać ponownie 20 cm^3 roztworu octanu amonowego i gotować przez 10 min. Następnie roztwór ostudzić i przesączyć przez tygiel Schotta G4, uprzednio wysuszony w $100 \div 105^\circ\text{C}$ i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Osad w tyglu przemyć 1-procentowym roztworem kwasu octowego aż do zaniku reakcji na ołów w przesączu (sprawdzić jodkiem potasowym). Następnie tygiel wysuszyć w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$ do stałej masy, pozostawić do ostygnięcia w ekcykatorze i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m_1 — masa osadu, g,
 m — masa zasadowego dwusiarczanu ołowianego, g.

3.8.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Zasadowy dwusiarczan ołowiany należy pakować w czterowarstwowe worki papierowe z przekładką bitumiczną, zgodnie z PN-70/P-79005. Worki powinny być otwarte, klejone lub szyte o wymiarach zgodnych z PN-68/O-79027, pojemności 50 kg. Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania, nie gorszy jednak niż wyżej wymieniony i zgodny z odpowiednim szeregiem wymiarowym opakowań.

Na każdym opakowaniu powinien być umieszczony napis, zawierający co najmniej

- a) nazwę lub znak wytwórni,
 b) oznaczenie wg 2,
 c) numer partii,
 d) masę brutto i netto,
 e) napis *Ostrożnie środek szkodliwy — chronić drogi oddechowe i pokarmowe*; napis ostrzegawczy powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle, dwukrotnie większy niż inne napisy, zgodnie z PN-67/O-79252.

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

4.3. Przechowywanie. Zasadowy dwusiarczan ołowiany należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i krytych, z dala od środków żywnościowych.

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

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — POLIFARB Złoty Stok Zakłady Górniczo-Chemiczne w Złotym Stoku.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6016-09

- a) wprowadzono podział badań na pełne i niepełne,
- b) zmieniono wartość parametru: substancje nierozpuszczalne w octanie amonowym,
- c) zmieniono metodę oznaczania białości,
- d) wyeliminowano następujące parametry: masę właściwą, pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,04 mm, intensywność barwy, masę nasypową.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-75/C-04400 Pigmenty. Pobieranie i przygotowanie próbek
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe, Szeregi wymiarowe
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

Pozostałe normy związane podano w tablicy.

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych z dnia 15 września 1968 r. (Dz. T. i Z. K. nr 20 poz. 84 z 1968 r.).

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. PRL nr 35 poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.).

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

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

4. Autor projektu normy — mgr inż. Andrzej Król — POLIFARB, Złoty Stok.