

PIGMENTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-78 6046-01
	Zielony tlenek chromowy	Zamiast BN-68/6046-01
		Grupa katalogowa 1018

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest zielony tlenek chromowy otrzymywany przez termiczny rozkład bezwodnika chromowego.

Zielony tlenek chromowy ma:

- a) wzór chemiczny Cr_2O_3 ,
- b) masę cząsteczkową 152,02.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Zielony tlenek chromowy ma zastosowanie jako wysokiej jakości pigment nieorganiczny w przemyśle farb i lakierów, szklarskim, emalierskim oraz w innych przemysłach.

2. OZNACZENIE

Przykład oznaczenia zielonego tlenku chromowego:

ZIELONY TLENEK CHROMOWY BN-78/6046-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Zielony tlenek chromowy powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku barwy zielonej, nierozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Zielony tlenek chromowy należy pakować do szczelnych bębnow metalowych o zawartości 100 kg zgodnie z BN-76/5046-02. Dopuszcza się również inny rodzaj opakowania gwarantujący odpowiednią jakość produktu, o wymiarach zgodnych z PN-78/O-79021.

Na każdym opakowaniu zgodnie z PN-85/O-79252 powinien znajdować się trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii produkcyjnej lub datę produkcji,
- d) masę brutto i netto.

Tablica 1

Wymagania	
a) Tlenku chromowego Cr_2O_3 , %, nie mniej niż	99
b) Żelaza w przeliczeniu na Fe, %, nie więcej niż	0,2
c) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,4
d) Pozostałości po przesiewie na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %, nie więcej niż	0,05
e) Wilgotność, %, nie więcej niż	0,2
f) Intensywność barwy ¹⁾	100 ± 15
g) Odcień barwy ¹⁾	zgodny z wzorcem; dopuszczalna odchyłka 4 wg 5 stopniowej szarej skali
h) Liczba olejowa ¹⁾	10—19
i) Zdolność krycia ¹⁾ , g/m ²	22

¹⁾ Oznaczanie wykonuje się na żądanie odbiorców z przemysłu farb i lakierów.

Opakowanie i oznakowanie partii eksportowej powinno być każdorazowo uzgadniane z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Zielony tlenek chromowy należy przechowywać w magazynach suchych i przewiewnych.

4.3. Transport. Zielony tlenek chromowy należy przewozić krytymi środkami przewożowymi: kolejowymi i samochodowymi. W czasie transportu bębny z zielonym tlenkiem chromowym należy zabezpieczyć przed przesuwaniem i wazajemnym uszkodzeniem. Bębny mogą być ładowane maksymalnie w dwóch warstwach — w samochodach i w trzech warstwach — w wagonach. Szczegółowe warunki załadunku i wyładunku określone są w odrębnych przepisach ¹⁾.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Zakłady Chemiczne ALWERNIA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 24 lipca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r. (Dz. Norm. i Miar nr 17/1978 poz. 77)

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Miano roztworu soli Mohra nastawić na dwuchromian potasowy w następujący sposób. Od-

Tablica 2

Lp.	Rodzaje badań	Zakres badań		Wymagania wg	Opis badań wg
		pełne	niepełne		
1	2	3	4	5	6
1	Sprawdzenie ogólnych wymagań	+	+	3.1	
2	Oznaczanie zawartości tlenku chromowego	+	+	3.2a)	5.3.1
3	Oznaczanie zawartości żelaza	+	+	3.2b)	5.3.2
4	Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie	+	+	3.2c)	5.3.3
5	Oznaczanie pozostałości po przesiewie na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,063 mm	+	+	3.2d)	5.3.4
6	Oznaczanie wilgotności	+	+	3.2e)	5.3.5
7	Oznaczanie intensywności barwy	+		3.2f)	5.3.6
8	Oznaczanie odcienia barwy	+		3.2g)	5.3.7
9	Oznaczanie liczby olejowej	+		3.2h)	5.3.8
10	Oznaczanie zdolności krycia	+		3.2i)	5.3.9

Znak + oznacza obowiązek prowadzenia badań.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii.

Badania pełne należy wykonywać na żądanie odbiorców z przemysłu farb i lakierów.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek, przygotowaniu, pakowaniu, przechowywaniu i przeznaczeniu średniej próbki laboratoryjnej należy stosować wytyczne podane w PN-75/C-04400 dla pigmentów sypkich, nieorganicznych.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości tlenku chromowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+1.
- Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Amoniak cz. (0,96), roztwór 1+1.
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór około 0,1N.
- Nadsiarczan amonowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy, świeżo przygotowany.
- Kwas fosforowy cz.d.a. (1,7).
- Dwufenyloamina, roztwór 1-procentowy w kwasie siarkowym (1,84).
- Sól Mohra cz.d.a., roztwór 0,1N: odważyć 40 g soli Mohra (siarczan amonowo-żelazowy $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), rozpuścić w 200 cm³ wody destylowanej, dodać 50 cm³ kwasu siarkowego (1,84) i dopełnić kolbę wodą do objętości 1 dm³.

mierzyć 20 cm³ 0,1N roztworu dwuchromianu potasowego za pomocą biurety do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, rozcieńczyć wodą do około 200 cm³, zakwasić 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1), dodać 1 cm³ kwasu fosforowego, 3 krople roztworu dwufenyloaminy i miareczkować roztworem soli Mohra do zmiany zabarwienia z fioletowego do wyraźnie zielonego.

Miano roztworu soli Mohra (K) obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{a}{b} \quad (1)$$

w którym:

- zawartość Cr₂O₃ w 20 cm³ roztworu dwuchromianu potasowego wziętego do nastawiania miana, g,
- objętość mianowanego roztworu soli Mohra użytego do miareczkowania 20 cm³ roztworu dwuchromianu potasowego, cm³.

Miano roztworu soli Mohra należy sprawdzać każdorazowo w dniu wykonywania oznaczania.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,2 g tlenku chromowego z dokładnością do 0,0002 g, uprzednio dobrze rozartego i przesianego przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,063 mm i umieścić w kolbie stożkowej z szeroką szyjką pojemności 300 cm³. Do kolby wlać z biurety 10 cm³ 0,1N roztworu dwuchromianu potasowego i 20 cm³ kwasu siarkowego (1,84).

Zawartość kolby przykryć lejkiem, ogrzać powoli, często mieszając, aż do całkowitego roz-

puszczenia próbki. Klarowny roztwór ostudzić, rozcieńczyć 50 cm³ wody destylowanej, dodać ostrożnie pod szkiełkiem zegarkowym 30 cm³ roztworu amoniaku (1+1) i rozcieńczyć wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 200 cm³ (otrzymany roztwór zachować do oznaczania żelaza wg 5.4.2). Roztwór wymieszać i pobrać 50 cm³ pipetą do kolby stożkowej z szeroką szyjką pojemności 500 cm³, rozcieńczyć wodą do 200 cm³, dodać 10 cm³ roztworu azotanu srebra, a po zagotowaniu — ostrożnie pod szkiełkiem dodać 10 cm³ roztworu nadsiarczanu amonowego. Po 20 min gotowania roztworu w kolbie przykrytej szkiełkiem zegarkowym ostudzić go, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1), 1 cm³ kwasu fosforowego, 2 krople roztworu dwufenyloaminy i miareczkować roztworem soli Mohra do przejścia zabarwienia fioletowego w zielone. Przy końcu miareczkowania roztwór należy dobrze mieszać. Równocześnie należy wykonać ślepą próbę w następujący sposób. Odmierzyć 10 cm³ 0,1N roztworu dwuchromianu potasowego do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, rozcieńczyć wodą i uzupełnić kolbę do kreski. Odmierzyć 50 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, rozcieńczyć wodą do 200 cm³, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1), 1 cm³ kwasu fosforowego, 2 krople roztworu dwufenyloaminy i miareczkować roztworem soli Mohra i taki sam sposób co badaną próbkę.

5.3.1.3. Obliczanie zawartości tlenku chromowego. Zawartość tlenku chromowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 50} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu soli Mohra zużytego do miareczkowania, cm³,

V_1 — objętość roztworu soli Mohra zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,

K — miano roztworu soli Mohra wyrażone w gramach Cr₂O₃ na 1 cm³,

m — odważka badanej próbki, g.

5.3.1.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,2%.

5.3.2. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

b) Nadtlenek wodorowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Amoniak cz. (0,96), roztwór 1+1.

d) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

e) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania żelaza należy pobrać pipetą 50 cm³ roztworu przygotowanego wg 5.3.1.2 do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i dodać wodorotlenku sodowego do całkowitego rozpuszczenia początkowo strąconego wodorotlenku chromowego. Następnie dodać kilka kropel nadtlenku wodorowego, roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze aż do usunięcia nadmiaru nadtlenku wodoru. Z kolei roztwór ochłodzić, zakwasić roztworem kwasu solnego (1+1) do pH około 5,5 i dodać w nadmiarze amoniaku (do wyraźnego zapachu). Zawartość kolby przykryć lejkiem, zagotować i pozostawić na łaźni wodnej do czasu opadnięcia wodorotlenku żelazowego.

Powstały osad odsączyć, przemyć dokładnie gorącą wodą do zaniku barwy spływającego z lejka przesączu i rozpuścić na sączku w gorącym 10-procentowym roztworze kwasu solnego. Sączek dokładnie przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z azotanem srebra). Przesącz przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

Oznaczanie zawartości żelaza należy wykonać wg PN-81/C-04521/03.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 10 g tlenku chromowego z dokładnością do 0,001 g i wykonać oznaczanie zgodnie z PN-80/C-04401.

5.3.4. Oznaczanie pozostałości po przesiewie na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,063 mm. Odważyć 100 g tlenku chromowego z dokładnością do 0,01 g i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04401.

5.3.5. Oznaczanie wilgotności. Odważyć 10 g tlenku chromowego z dokładnością do 0,01 g i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04401.

5.3.6. Oznaczanie intensywności barwy. Odważyć 0,2 g tlenku chromowego i wykonać oznaczanie wg PN-66/C-04402.

5.3.7. Oznaczanie odcienia barwy należy wykonać wg PN-66/C-04402.

5.3.8. Oznaczanie liczby olejowej. Odważyć 5 g tlenku chromowego z dokładnością do 0,001 g i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04401.

5.3.9. Oznaczanie zdolności krycia należy wykonać wg BN-65/6046-03.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ALWERNIA.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-68/6046-01

a) usunięto z normy zielony tlenek chromowy otrzymywany metodą prażenia mieszaniny dwuchromianu sodowego z salmiakiem,

b) zaktualizowano postanowienia dotyczące pakowania, transportu, pobierania próbek i metod badań dotyczących pigmentów,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości żelaza wg PN-81/C-04521/03,

d) wprowadzono do badań pełnych oznaczanie intensywności i odcienia barwy.

3. Normy i dokumenty 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 lakieryjnych. Metody badań

PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy opakowań

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-65/6046-03 Pigmenty nieorganiczne do wyrobów lakieryjnych. Oznaczanie krycia ilościowego

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik 10 do DKP (do art. 27, ust. 4, p. 4), (Dz. TiZK z 1968 r.nr 4 poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami.

4. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne
ISO/TC 35/N 467 Chrome oxide green pigments for paints

RWPG PC 4910 — 75 Pigменты неорганические. Зеленый окиси хрома. Технические требования и методы испытаний

Japonia YIS K 1401 — 1969 Chromium Oxide

ZSRR ГОСТ 2912-73 Окись хрома техническая

NRD TGL 22294 — 67 Anorganische Pigmente. Chromoxid

Anglia BS 318 — 1968 Specification for Chromic Oxide Pigments

5. Symbol wg SWW — 1221 — 328.

6. Autor projektu normy — mgr inż. Halina Gościej.

7. Wydanie 3 — stan aktualny: lipiec 1986 — uaktualniono normy związane.