

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Glejta ołowiowa	6046-02
		Zamiast BN-64/6046-02
		Grupa katalogowa X 18 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest glejta ołowiowa otrzymywana na drodze utlenienia metalicznego ołowiu w podwyższonej temperaturze.

1.2. Zakres stosowania. Glejta ołowiowa stosowana jest w przemyśle farb i lakierów, ceramicznym, chemicznym i innych.

1.3. Normy i dokumenty związane

PN-58/C-04400 Pigmenty. Pobieranie próbek
PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań
PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
BN-69/5046-03 Opakowanie transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych — obowiązujące od dnia 15 września 1968 r. Dz. T. i Z. K. nr 20 poz. 84 z dnia 3 września 1968 r.

Przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych Dz. U. nr 54 poz. 337 z dnia 27 grudnia 1965 r.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości tlenku ołowianego (PbO) oraz zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki glejty ołowiowej oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia glejty ołowiowej gatunku pierwszego:

GLEJTA OŁOWIOWA I BN-72/6046-02
SWW 1311-252

¹⁾ Symbol wg SWW: 1311-252.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Glejta ołowiowa powinna mieć postać proszku barwy żółtej do pomarańczowej o różnych odcieniach i nie powinna zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Zawartość tlenku ołowianego (PbO), % co najmniej	99,0	98,0
b) Zawartość ołowiu metalicznego (Pb), % najwyżej	0,1	1,0
c) Zawartość tlenku ołowianego (PbO ₂), % najwyżej	0,1 ¹⁾	0,3
d) Zawartość krzemionki (SiO ₂), % najwyżej	0,08	0,1
e) Zawartość srebra (Ag), % najwyżej	0,005	—
f) Zawartość miedzi (Cu), % najwyżej	0,001	—
g) Zawartość żelaza (Fe), % najwyżej	0,01	—
h) Pozostałość po przesiewie na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, % najwyżej	0,5	1,0
i) Gęstość nasypowa, g/cm ³ , najwyżej	3,5	3,5
j) Wilgotność, % najwyżej	0,3	0,3

¹⁾ W glejcie przeznaczonej do produkcji chemicznych środków pomocniczych do tworzyw sztucznych zawartość PbO₂ nie powinna przekraczać 0,05%.

Dla przemysłu farb i lakierów przeznaczona jest glejta wyłącznie w gatunku I.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Glejtę ołowiową należy pakować najwyżej po 220 kg do bębnow metalowych pojemności 100 dm³ wg BN-69/5046-03²⁾.

²⁾ Patrz Postanowienia przejściowe.

Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych „Metale”

Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych „Metale” dnia 13 października 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 1/1973 poz. 2)

Na każdym opakowaniu powinien być umieszczony napis zawierający:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) miesiąc i rok produkcji,
- d) masę brutto i netto,
- e) numer beczki.

Ponadto na każdym opakowaniu powinien być przyklejony znak ostrzegawczy dla materiałów trujących wg PN-67/O-79252 p. 2.3.5. Po uzgodnieniu pomiędzy zamawiającym i dostawcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania, o ile zabezpiecza produkt nie gorzej niż podane opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego wg PN-64/O-79021.

4.2. Przechowywanie. Glejtę ołowiową należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i suchych.

4.3. Transport. Glejtę ołowiową należy przewozić krytymi środkami transportowymi z zachowaniem warunków przewidzianych Przepisami o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych oraz Przepisami bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych dla materiałów trujących (klasa IV a).

Bębny należy ułożyć w jednej warstwie i zabezpieczyć przed przesuwaniami się w czasie transportu.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania pełne polegają na sprawdzeniu zgodności z wszystkimi wymaganiami wymienionymi w 3.1 i 3.2.

Badania pełne należy wykonywać w przypadku badań rozjemczych, przy kontroli okresowej, która powinna być wykonywana co najmniej raz na kwartał oraz przy każdej zmianie surowców lub technologii.

5.1.2. Badania niepełne polegają na sprawdzeniu zgodności z wymaganiami dotyczącymi:

- a) zawartości tlenku ołowiawego,
- b) zawartości ołowiu metalicznego,
- c) zawartości tlenku ołowiowego,
- d) pozostałości na sicie.

Badaniom niepełnym należy poddać każdą partię glejty ołowiowej.

5.2. Określenie partii. Partię stanowi ilość glejty tego samego gatunku, w jednakowych opakowaniach, przedstawionej jednorazowo do odbioru przez producenta lub dostawcę.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-58/C-04400. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

5.4. Sprawdzanie wymagań ogólnych dla każdego opakowania przeprowadzić nieuzbrojonym okiem.

5.5. Sprawdzanie wymagań fizycznych i chemicznych

5.5.1. Wytyczne ogólne

5.5.1.1. Czystość odczynników. Jeżeli nie podano inaczej, należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. i wodę destylowaną.

5.5.1.2. Dokładność ważenia. Jeżeli nie podano inaczej należy ważyć:

- do 2 g — z dokładnością do 0,0002 g,
- powyżej 2 do 5 g — z dokładnością do 0,001 g,
- powyżej 5 do 10 g — z dokładnością do 0,005 g,
- powyżej 10 g — z dokładnością do 0,01 g.

5.5.1.3. Wynik. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń o rozbieżności nie przekraczającej dopuszczalnych odchylek.

5.5.1.4. Przygotowanie próbki do badań chemicznych. Przed wykonaniem oznaczeń chemicznych próbkę należy suszyć w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.

5.5.2. Oznaczanie zawartości tlenku ołowiawego (PbO) i ołowiu metalicznego

5.5.2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w octanie amonowym, oddzielenie ołowiu metalicznego i tlenku ołowiawego od tlenku ołowiawego. Redukcja oddzielonego tlenku ołowiawego do tlenku ołowiawego, rozpuszczenie go w octanie amonowym i oddzielenie od ołowiu metalicznego. Rozpuszczenie ołowiu metalicznego w kwasie azotowym i oznaczanie metodą kompleksometryczną.

5.5.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,4), roztwór 1+3.
- b) Octan amonowy cz., roztwór nasycony oraz roztwór nasycony na zimno i zakwaszony kwasem octowym do pH około 5 (10 cm³ kwasu octowego dodać do 100 cm³ roztworu).
- c) Siarczan hydrazyny cz., drobno sproszkowany.
- d) Ołów metaliczny o zawartości co najmniej 99,9% Pb.
- e) Oranż ksylenolowy, mieszanina z chlorkiem sodowym w stosunku 1 : 200.
- f) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,01m: 3,72 g wersenianu dwusodowego, wysuszonego w tempe-

raturze 80°C rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Nastawienie miana: 0,1 g metalicznego ołowiu umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, rozpuścić w małej ilości roztworu kwasu azotowego i odparować do sucha. Do suchej pozostałości dodać 100 cm³ roztworu octanu amonowego, 200 cm³ wody i zagotować. Po całkowitym rozpuszczeniu soli roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać pipetą 50 cm³ roztworu do zlewki pojemności 400 cm³, dodać 10 cm³ octanu amonowego, 200 cm³ gorącej wody oraz szczyptę oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego.

Miano 0,01m roztworu wersenianu dwusodowego (K) wyrażonego w gramach ołowiu na 1 cm³ roztworu obliczyć według wzoru

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

w którym:

m — odważka ołowiu, g,

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³.

g) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,1m: 37,2 g wersenianu dwusodowego, wysuszonego w temperaturze 80°C rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Nastawienie miana: około 0,4 g ołowiu metalicznego umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 15 cm³ roztworu kwasu azotowego i po rozpuszczeniu ołowiu roztwór odparować do sucha. Po ochłodzeniu dodać do suchej pozostałości 20 cm³ roztworu octanu amonowego, 200 cm³ wody i zagotować.

Po całkowitym rozpuszczeniu soli roztwór rozcieńczyć około 100 cm³ ciepłej wody i miareczkować ołów roztworem wersenianu dwusodowego przy użyciu oranżu ksylenolowego jako wskaźnika.

Miano 0,1m roztworu wersenianu dwusodowego (K₁) wyrażonego w gramach ołowiu na 1 cm³ roztworu obliczyć według wzoru

$$K_1 = \frac{m}{V}$$

w którym:

m — odważka ołowiu, g,

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³.

5.5.2.3. Wykonanie oznaczania

a) **Oznaczanie zawartości tlenku ołowiawego.** 10 g próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 500 cm³, dodać około 100 cm³ roztworu octa-

nu amonowego zakwaszonego kwasem octowym (do pH około 5) i ogrzewać do temperatury 70°C w celu całkowitego rozpuszczenia się tlenku ołowiawego, mieszając od czasu do czasu zawartość kolby. Po całkowitym rozpuszczeniu się tlenku ołowiawego oddzielić osad od roztworu przez dekantację i przenieść do zlewki pojemności 400 cm³. Następnie przemyć osad w zlewce przez dekantację gorącą wodą do zaniku reakcji na ołów w wodzie z przemycia. Zdekantowany roztwór i wodę z przemycia zebrać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Odmierzyć 50 cm³ roztworu do zlewki pojemności 400 cm³, dodać 20 cm³ roztworu octanu amonowego, 200 cm³ gorącej wody, szczyptę oranżu ksylenolowego i miareczkować 0,1m roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z różowej na żółtą.

b) **Oznaczanie zawartości ołowiu metalicznego.** Osad w zlewce, otrzymany wg 5.5.2.3a), zawierający ołów metaliczny, tlenek ołowiowy i krzemionkę zwilżyć 10 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu octanu amonowego, około 0,1 g siarczanu hydrazyny i ogrzewać do temperatury 70°C, stale mieszając. Następnie roztwór zdekantować, a pozostały ołów metaliczny przemyć kilkakrotnie przez dekantację gorącą wodą do zaniku reakcji na ołów w wodzie z przemycia. Roztwór z dekantacji i wodę z przemycia odrzucić.

Pozostały w zlewce ołów rozpuścić w 5 cm³ roztworu kwasu azotowego, a po rozpuszczeniu odparować roztwór do sucha. Po ochłodzeniu dodać do suchej pozostałości 20 cm³ roztworu octanu amonowego, 200 cm³ wody i zagotować. Po rozpuszczeniu się soli dodać jeszcze około 100 cm³ gorącej wody i miareczkować 0,01m roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z różowej na żółtą.

5.5.2.4. Obliczanie wyników

a) Zawartość tlenku ołowiawego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot K_1 \cdot 1,077}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość 0,1m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

*K*₁ — miano 0,1m roztworu wersenianu dwusodowego wyrażone w gramach ołowiu na 1 cm³ roztworu,

1,077 — mnożnik przeliczeniowy ołowiu na tlenek ołowiawy,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

b) Zawartość ołowiu metalicznego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość 0,01m roztworu wersenianu dwusodowego użytego do miareczkowania, cm^3 ,

K — miano 0,01m roztworu wersenianu dwusodowego wyrażone w gramach ołowiu na 1 cm^3 roztworu,

m — odważka próbki, g.

5.5.2.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać:

— przy zawartości tlenu ołowiowego 98,00% i powyżej — 0,50%,

— przy zawartości ołowiu metalicznego do 0,10% — do 0,020%,
powyżej 0,10% — 0,050%.

5.5.3. Oznaczanie zawartości tlenu ołowiowego (PbO_2)

5.5.3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w środowisku roztworu buforowego octanowego, redukcja przy pomocy tiosiarczanu sodowego i odmiareczkowanie nadmiaru tiosiarczanu sodowego roztworem jodu.

5.5.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy, roztwór 80-procentowy.

b) Octan sodowy, roztwór nasycony na zimno.

c) Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,01n.

d) Jod, roztwór 0,01n.

e) Skrobia, roztwór: 1 g skrobi rozpuszczalnej wymieszać z 15 cm^3 wody w celu otrzymania jednolitej papki. Następnie wlać tę zawiesinę do 200 cm^3 gotującej się wody. Gotować przez 3 min, po czym odstawić do ochłodzenia.

5.5.3.3. Wykonanie oznaczania. 10 g próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm^3 , dodać z biurety około 20 cm^3 roztworu tiosiarczanu sodowego i rozcieńczyć wodą do objętości około 50 cm^3 ; dodać 50 cm^3 octanu sodowego oraz 5 cm^3 kwasu octowego. Całość wstrząsać, aż do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Gdy tlenki ołowiu zupełnie się rozpuszczą (z wyjątkiem części nierozpuszczalnych), próbkę oziębic i odmiareczkować nadmiar tiosiarczanu sodowego roztworem jodu w obecności $1+2 \text{ cm}^3$ roztworu skrobi. Miareczkowanie prowadzić do momentu pojawienia się niebieskiego zabarwienia. Równoległe z oznaczaniem wykonać ślepa próbę.

5.5.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu ołowiowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V-V_1) \cdot 0,001196}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość roztworu jodu użytego do miareczkowania w ślepej próbie, cm^3 ,

V_1 — objętość roztworu jodu użytego do miareczkowania próbki, cm^3 ,

0,001196 — ilość tlenu ołowiowego odpowiadająca 1 cm^3 0,01n roztworu jodu, g,

m — masa próbki, g.

5.5.3.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10% wyniku mniejszego.

5.5.4. Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO_2)

5.5.4.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym i wydzielenie krzemionki kwasem solnym. Zważenie otrzymanej przez prażenie krzemionki, odpędzenie jej z kwasem fluorowodorowym i oznaczanie zawartości z różnicy mas.

5.5.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4).

b) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

c) Kwas szczawioowy, krystaliczny.

d) Kwas solny (1,18), roztwór 2+1.

e) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+4.

5.5.4.3. Wykonanie oznaczania. 20 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm^3 , dodać 80 cm^3 kwasu azotowego, 0,5 g kwasu szczawioowego i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Osad odsączyć przez średni sączek, przemyć kilkakrotnie gorącą wodą, po czym osad zwilżyć kilkoma kroplami gorącego roztworu kwasu solnego i przemywać gorącą wodą do zaniku w przesączu reakcji na jon chlorowy. Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spopielić i prażyć osad w temperaturze $900 \div 1000^\circ\text{C}$ do stałej masy. Osad wraz z tygłem ostudzić w ekscytorze i zważyć. Następnie dodać do tygla $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu kwasu siarkowego, około 5 cm^3 roztworu kwasu fluorowodorowego i odparować do sucha. Po odparowaniu kwasów prażyć w temperaturze $900 \div 1000^\circ\text{C}$ do stałej masy i ponownie zważyć.

5.5.4.4. Obliczanie wyników. Zawartość krzemionki (X_3) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_3 = \frac{G - G_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

G — masa tygla z osadem krzemionki, g,

G_1 — masa tygla po odpędzeniu krzemionki, g,

m — odważka próbki, g.

5.5.4.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,006%.

5.5.5. Oznaczanie pozostałości po przesiewie wykonać wg PN-71/C-04401 przesiewając próbkę przez sito o boku oczka kwadratowego 0,063 mm.

5.5.6. Oznaczanie zawartości srebra

5.5.6.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym i ekstrakcyjne miareczkowanie srebra roztworem ditizonu w czterochlorku węgla.

5.5.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4), roztwory 1+3 oraz 0,1n.
b) Kwas siarkowy (1,83) i roztwór 1+99.
c) Kwas solny (1,18), roztwór 1+1.
d) Kwas askorbinowy, roztwory: 3-, 2- i 1-procentowy.

e) Amoniak (0,91), roztwór 1+99.

f) Chloroform.

g) Czterochlorek węgla, oczyszczony: 200 ÷ 300 cm³ czterochloru węgla umieścić w rozdzielaczu pojemności 500 cm³ dodać 5 cm³ kwasu siarkowego (1,83) i wytrząsać przez 2 min. Po rozdzielaniu się warstw usunąć barwny ekstrakt kwasu siarkowego. Czynności dodawania kwasu i usuwania ekstraktu powtarzać do uzyskania bezbarwnej warstwy kwasu siarkowego. Następnie czterochlorek węgla wymyć wodą do reakcji obojętnej, przesączyć przez sączek ilościowy średni do suchej kolby destylacyjnej i poddać destylacji w temperaturze 75°C.

h) Ditizon, oczyszczony: około 1 g ditizonu rozpuścić w 100 cm³ chloroformu, roztwór przelać do rozdzielacza pojemności 500 cm³, dodać 10 cm³ 2-procentowego roztworu kwasu askorbinowego, 100 cm³ roztworu amoniaku i wytrząsać w ciągu 2 min. Warstwę chloroformową przenieść do drugiego rozdzielacza pojemności 500 cm³, dodać 10 cm³ 3-procentowego roztworu kwasu askorbinowego, 100 cm³ roztworu amoniaku i wytrząsać przez 2 min. Czynność tę powtarzać 5 ÷ 6 razy do uzyskania prawie bezbarwnej warstwy wodnej. Połączone roztwory amoniakalne o zabarwieniu pomarańczowym zakwasić roztworem kwasu solnego do pojawienia się zielonego zabarwienia. Wytrącony po pewnym czasie osad ditizonu odsączyć, przemyć kilkakrotnie 1-procentowym roztworem kwasu askorbinowego. Osad wysuszyć na powietrzu, rozetrzeć i przechowywać w ciemnym słoiku.

i) Roztwory ditizonu w czterochloru węgla:

Roztwór A: 0,05 g oczyszczonego ditizonu rozpuścić w 100 cm³ oczyszczonego czterochloru węgla i odstawić na 24 godz. Roztwór po wymieszaniu przesączyć przez średni sączek do suchej

kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Roztwór ditizonu należy przechowywać pod warstwą ochronną kwasu siarkowego, w tym celu do kolby pomiarowej należy dodać 3 ÷ 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego. Kolbę przykryć korkiem.

Roztwór B: 2 cm³ roztworu ditizonu A przenieść do suchej kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić oczyszczonym czterochlorkiem węgla do kreski, przykryć korkiem i dokładnie wymieszać. Roztwór B przygotować bezpośrednio przed przystąpieniem do analizy.

Nastawienie miana roztworu ditizonu. Do rozdzielacza pojemności 50 ÷ 100 cm³ przenieść z mikrobiurety 10 cm³ wzorcowego roztworu srebra C. Następnie przeprowadzić ekstrakcyjne miareczkowanie srebra roztworem ditizonu B umieszczonym w suchej mikrobiurecie, dodając go małymi porcjami. Po każdorazowym dodaniu porcji roztworu ditizonu B mieszaninę wytrząsać przez 2 min, po rozdzielaniu się warstw spuścić warstwę organiczną i ponownie dodać następną porcję roztworu ditizonu B. Miareczkowanie jest ukończone z chwilą, gdy ostatnia porcja ditizonu w ilości 0,1 cm³ nie zmieni swej zielonej barwy.

Miano (K) roztworu ditizonu B wyrażone w gramach srebra na 1 cm³ roztworu obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{0,00001}{V}$$

w którym:

0,00001 — zawartość srebra w 10 cm³ roztworu wzorcowego srebra C, g,

V — objętość roztworu ditizonu zużytego do miareczkowania, cm³.

j) Wzorcowe roztwory srebra.

Roztwór A: 0,1575 g wysuszonego azotanu srebra rozpuścić w 25 ÷ 30 cm³ 0,1n roztworu kwasu azotowego i całość rozcieńczyć 0,1n roztworem kwasu azotowego do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg srebra.

Roztwór B: 10 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić do kreski 0,1n roztworem kwasu azotowego.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,01 mg srebra.

Roztwór C: 10 cm³ roztworu B przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić do kreski 0,1n roztworem kwasu azotowego. Roztwór C należy przygotować bezpośrednio przed przystąpieniem do ustalenia miana roztworu ditizonu. Do przygotowania roztworów należy stosować wodę podwójnie destylowaną, wolną od jonów chloru.

5.5.6.3. Wykonanie oznaczania. 5 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, rozpuścić w 30 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+3) i ostrożnie odparować prawie do sucha. Ostudzić, dodać około 25 cm³ gorącej wody i mieszać do całkowitego rozpuszczenia się osadu. Roztwór po ochłodzeniu przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm³, dodać 3 cm³ 0,1n roztworu kwasu azotowego, dopełnić wodą do objętości około 40 cm³ i dodając porcjami roztworu B ditizonu wykonać oznaczanie srebra metodą ekstrakcyjnego miareczkowania wg 5.5.6.2i).

5.5.6.4. Obliczanie wyników. Zawartość srebra (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100$$

w którym:

- V — objętość roztworu ditizonu zużytego do miareczkowania, cm³,
- K — miano ditizonu, wyrażone w gramach srebra na 1 cm³ roztworu,
- m — odważka próbki, g.

5.5.6.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,0005%.

5.5.7. Oznaczanie zawartości żelaza

5.5.7.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym, oddzielenie ołowiu w postaci siarczanu, utworzenie kompleksu żelaza z kwasem sulfosalicylowym w środowisku amoniakalnym i pomiar ekstynkcji roztworu przy długości fali 430 ÷ 440 nm.

5.5.7.2. Aparatura i przyrządy. Fotokolorymetr lub fotometr z kompletnym wyposażeniem.

5.5.7.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,4), roztwór 1+3.
- b) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- c) Amoniak (0,91).
- d) Siarczan żelazowo-amonowy.
- e) Kwas sulfosalicylowy, roztwór 10-procentowy.
- f) Ołów metaliczny.
- g) Roztwory wzorcowe żelaza:

Roztwór A: 0,863 g siarczanu żelazowo-amonowego umieścić w zlewce o pojemności 400 cm³, rozpuścić w 50 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5), roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg żelaza.

Roztwór B: 50 cm³ roztworu wzorcowego A umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,05 mg żelaza.

5.5.7.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. 50 g ołowiu w postaci drobnych wiórek o zawartości

co najmniej 99,99% Pb umieścić w kolbie stożkowej pojemności 750 cm³, rozpuścić w 300 cm³ roztworu kwasu azotowego i wygotować tlenki azotu. Roztwór ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dodać 50 cm³ roztworu kwasu siarkowego, ponownie ochłodzić, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 200 cm³ odmierzyć po 50 cm³ klarownego roztworu i do pięciu z nich dodać kolejno z mikrobiurety: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 i 5,0 cm³ roztworu wzorcowego B żelaza. Roztwór w szóstej kolbie traktować jako roztwór porównawczy. Do wszystkich kolb dodać po 20 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, zobojętnić amoniakiem do uzyskania żółtego zabarwienia, a następnie dodać jeszcze po 20 cm³ nadmiaru amoniaku. Roztwory w kolbach ostudzić, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Część roztworów przelać do kuwet o odpowiedniej grubości i wykonać pomiar ekstynkcji, stosując filtr o maksymalnej przepuszczalności 430 ÷ 440 nm w odniesieniu do roztworu nie zawierającego żelaza. Z uzyskanych wartości ekstynkcji wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wielkości ekstynkcji, na osi odciętych odpowiadające im zawartości żelaza w gramach.

5.5.7.5. Wykonanie oznaczania. 40 g próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³ i rozpuścić na gorąco w 100 cm³ roztworu kwasu azotowego. Roztwór wygotować, ochłodzić, przelać do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego, ponownie ochłodzić, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Odmierzyć 50 cm³ klarownego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu sulfosalicylowego i dalej postępować jak przy wykonaniu krzywej wzorcowej. Jako porównawczy stosować roztwór zawierający wszystkie odczynniki stosowane w toku oznaczania (ślepa próba).

5.5.7.6. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{b}{m} \cdot 100$$

w którym:

- b — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

5.5.7.7. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,0005%.

5.5.8. Oznaczanie zawartości miedzi

5.5.8.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w roztworze kwasu azotowego, ekstrakcja miedzi

chloroformem i fotometryczny pomiar ekstynkcji rodanku miedziowego przy długości fali około 420 nm.

5.5.8.2. Aparatura i przyrządy. Fotokolorymetr lub fotometr z kompletnym wyposażeniem.

5.5.8.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy (1,4), roztwór 1+3.
- Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+3.
- Kwas cytrynowy, roztwór 50-procentowy.
- Amoniak (0,91).
- Pirydyna.
- Rodanek amonowy, roztwór 30-procentowy.
- Chloroform.
- Fenoloftaleina, roztwór 1-procentowy w alkoholu.

i) Wzorcowe roztwory miedzi:

Roztwór A: 1 g miedzi o zawartości co najmniej 99,99% Cu w postaci drobnych wiórków rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ w 25 cm³ kwasu azotowego (1,4) słabo ogrzewając. Roztwór gotować do zaniku tlenków azotu, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg miedzi.

Roztwór B: 50 cm³ roztworu A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,05 mg miedzi.

5.5.8.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 5 rozdzielaczy pojemności 50 cm³ odmierzyć po 0,5 cm³ roztworu kwasu azotowego i kolejno 0; 1; 2; 4 i 6 cm³ roztworu wzorcowego B miedzi. Następnie dodać po 1 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, 1 kroplę fenoloftaleiny, amoniaku do zabarwienia na różowo i zobojętnić roztworem kwasu cytrynowego dodając 1 cm³ jego nadmiaru. Następnie dodać 0,6 cm³ pirydyny, 1 cm³ roztworu rodanku amonowego, 5 cm³ chloroformu i całość wytrząsać w ciągu 1 min. Po rozdzieleniu się faz warstwę chloroformową przenieść do kувety odpowiedniej grubości i wykonać pomiar ekstynkcji roztworów stosując filtr o maksymalnej przepuszczalności 420 nm. Jako roztwór porównawczy stosować roztwór bez dodatku miedzi. Z uzyskanych wartości ekstynkcji wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wielkości ekstynkcji, a na osi odciętych odpowiadające im zawartości miedzi w gramach.

5.5.8.5. Wykonanie oznaczania. 10 g próbki umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić, podgrzewając w 40 cm³ roztworu kwasu azotowego. Odparować do objętości 5 cm³, przenieść do kolby pomiarowej 100 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego, wymieszać, ochłodzić i dopełnić wodą do kreski. Całość przesączyć przez suchy sącdek do kolby stożkowej pojemności

300 cm³. Przesączyć odparować do objętości 1 ÷ 2 cm³, dodać 1 cm³ kwasu cytrynowego, 1 kroplę fenoloftaleiny i amoniaku do odczynu alkalicznego. Zobojętnić roztworem kwasu cytrynowego dodając 1 cm³ jego nadmiaru. Przenieść do rozdzielacza pojemności 50 cm³, dodać 0,6 cm³ pirydyny, wstrząsnąć, dodać 1 cm³ roztworu rodanku amonowego, 5 cm³ chloroformu i wytrząsać przez 1 min. Dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

5.5.8.6. Obliczanie wyników. Zawartość miedzi (X₆) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{b}{m} \cdot 100$$

w którym:

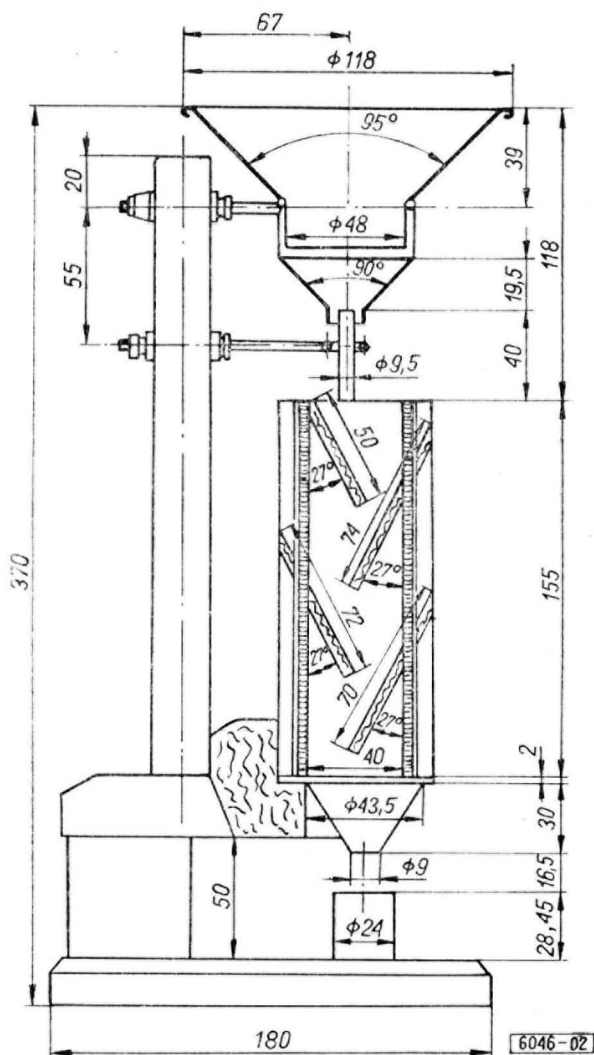
- b* — zawartość miedzi odczytana z krzywej wzorcowej, g,
m — odważka próbki, g.

5.5.8.7. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,0008%.

5.5.9. Oznaczanie gęstości nasypowej

5.5.9.1. Aparatura i przyrządy

a) Urządzenie wykonane zgodnie z rysunkiem; wymiary podano w mm.



b) Naczynka wagowe pojemności około 12 cm³.

5.5.9.2. Wykonanie oznaczania. Około 50 g próbki wsypywać porcjami do lejka przyrządu i przecierać szpachelką przez sito o gęstości 360 ÷ 400 oczek na 1 cm², umieszczone na dnie lejka. Próbka przecierana przez sito spada początkowo na szklane płytki ustawione pod kątem 27°, a następnie do naczynka wagowego, ustawionego od przyrządu w odległości jak podano na rysunku. Przyrządem nie należy wstrząsać, próbka powinna sypać się pod własnym ciężarem. Naczynko należy zapelnąć całkowicie, a usypany stożek usunąć paskiem papieru. Naczynko wagowe wraz z produktem ważyć z dokładnością do 0,1 g.

5.5.9.3. Obliczanie wyników. Gęstość nasypową glejty ołowiowej (X₇) obliczyć w g/cm³ wg wzoru

$$X_7 = \frac{m_1 - m_2}{V}$$

w którym:

m₁ — masa naczynka wagowego z próbką, g,

m₂ — masa naczynka wagowego bez próbki, g,

V — pojemność naczynka wagowego, cm³.

5.5.9.4. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,15 g/cm³.

5.5.10. Oznaczanie wilgotności — wg PN-71/C-04401.

5.6. Ocena wyników badań. Jeżeli wyniki wszystkich przeprowadzonych badań są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3, partię glejty ołowiowej należy uznać za zgodną z wymaganiami normy.

5.7. Zaświadczenie jakości. Do każdej partii glejty ołowiowej należy dołączyć atest zawierający stwierdzenie zgodności z wymaganiami normy oraz:

- nazwę lub znak wytwórcy,
- nazwę wyrobu,
- masę netto i brutto,
- wyniki badań,
- numer normy,
- numery beczek.

6. POSTANOWIENIA PRZEJSCIOWE

Do dnia 31 grudnia 1975 r. dopuszcza się pakowanie glejty ołowiowej w bębny metalowe pojemności 60 dm³.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6046-02

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6046-02

a) obniżono zawartość tlenku ołowianego (PbO) w gatunku II do 98,0%,

b) podwyższono zawartość ołowiu metalicznego w gatunku I do 0,1%, a w gatunku II do 1%,

c) podwyższono zawartość tlenku ołowianego (PbO₂) w gatunku I do 0,1%, a w gatunku II do 0,3%,

d) obniżono zawartość krzemionki (SiO₂) w gatunku II do 0,1%,

e) obniżono zawartość miedzi (Cu) w gatunku I do 0,004%,

f) podwyższono pozostałość na sicie w gatunku II do 1%,

g) wprowadzono wymagania dotyczące gęstości nasypowej i zawartości wilgoci,

h) wprowadzono metodę oznaczania gęstości nasypowej.

i) zmieniono częściowo metody oznaczania tlenku ołowianego, tlenku ołowianego, ołowiu metalicznego i krzemionki,

j) zmieniono całkowicie metodę oznaczania zawartości miedzi.

2. Zalecenia międzynarodowe i odpowiedniki w normach zagranicznych

RWPG PC 1089-69 Pigменты неорганические. Глет свинцовый

NRD TGL 14683 Anorganische Pigmente. Bleiglätte

ZSRR ГОСТ 5539-50 Глет свинцовый

JIS K 1456-1970 Litharge (Lead Monoxide)