



WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68
	Trójasadowy siarczan ołowiawy	6016-15
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest trójasadowy siarczan ołowiawy o wzorze $3PbO \cdot PbSO_4 \cdot nH_2O$ mający zastosowanie do produkcji tworzyw sztucznych jako stabilizator.

1.2. Normy związane

PN-58/C-04400 Pigmenty. Pobieranie próbek
 PN-58/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań
 PN-66/C-04402 Pigmenty nieorganiczne do wyrobów lakierowych. Metody badań
 PN-66/C-88035 Ftalan dwuoktynowy techniczny
 PN-60/C-89063 Polichlorek winylu. Badanie wytrzymałości cieplnej metodą czerwieni Kongo
 PN-60/P-79005 Worki papierowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

2.2. Przykład oznaczenia trójasadowego siarczanu ołowiawego 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 PbO , %, co najmniej	89	85
c) Substancji nierozpuszczalnych w octanie amonowym, %, najwyżej	0,1	0,3
d) Przewodność elektryczna włącziwa wyciągu wodnego, $\mu S/cm$ najwyżej ¹⁾	10	25
e) Wytrzymałość cieplna metodą czerwieni Kongo, min, co najmniej ¹⁾	65	65
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej ²⁾	0,05	0,05
g) Manganu (Mn^{2+}), %, najwyżej ²⁾	0,001	0,001
h) Miedzi (Cu^{2+}), %, najwyżej ²⁾	0,001	0,001
i) Wilgotność, %, najwyżej	0,5	0,5

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	I	II
j) Białość - % remisji wzorca ³⁾	zgodnie z wzorcem $\pm 10\%$	
k) Pozostałość na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,063 mm, %, najwyżej	0,3 ⁴⁾	0,5 ⁴⁾
l) Pozostałość na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,04 mm, %, najwyżej ³⁾	1,2	nie normalizuje się ⁴⁾

1) Wymagania dla produktu tylko do produkcji polwinitów.
 2) Oznaczanie tylko dla przemysłu gumowego.
 3) Oznaczanie tylko na specjalne życzenie odbiorcy.
 4) 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 ołowiawy należy pakować w czterowarstwowe worki papierowe (wg PN-60/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 warunki 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,
- wagę brutto i netto,
- numer partii i opakowania,
- oznaczenie dla substancji trujących zgodnie z obowiązującymi przepisami.

4.2. Przechowywanie. Trójasadowy siarczan ołowiawy należy przechowywać w suchych, przewiewnych, zamkniętych pomieszczeniach, zabezpieczających produkt przed zmianami jakości. Zaleca się przechowywanie metodą paletyzacji.

4.3. Transport. Trójasadowy siarczan ołowiawy należy przewozić krytymi środkami transportowymi zabezpieczającymi go przed zmianami jakości i uszkodzeniem opakowania, z dala od produktów spo-

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)

żywoznych. 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 przewozie 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-58/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.
- Mieszanka chlorku sodowego cz.d.a. i kwasu solnego: (do 100 cm³ nasyconego roztworu chlorku sodowego dodać 30 cm³ 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 oznaczania. 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 cm³ i zalać 40 cm³ 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 cm³. 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 cm³ roztworu i przenieść do zlewki pojemności 400 cm³. Roztwór w zlewce dopełnić wodą do 150 cm³, ogrzać do temperatury około 80°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 przesączyć przez szklany tygiel Schotta G4. Osad przemyć 2-procentowym roztworem kwasu octowego do zaniku reakcji na chromiany. Następnie osad rozpuścić w 100 cm³ mieszaniny wg 5.3.2.1 d). Tygiel przemyć kilkakrotnie gorącą wodą. Przesącz zebrać w kolbie stożkowej pojemności 500 cm³.

Po ostudzeniu zawartość kolby stożkowej dopełnić wodą do 300 cm³, 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 cm³ roztworu skrobi.

Należy jednocześnie wykonać ślepą próbę biorąc 100 cm³ mieszaniny wg 5.3.2.1 d), 200 cm³ wody destylowanej oraz 1±2 g jodku potasowego. Miareczkowanie wykonać w analogiczny sposób jak w oznaczeniu 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 zmia-reczkowania badanej próbki, cm³,
- V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próbki, cm³,
- 0,007441 - ilość PbO odpowiadająca 1 ml 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 oznaczania. Osad na średnim sączku, uzyskany wg 5.3.2.2, umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tygla porcelanowym, wysuszyć i spalić. Tygiel wraz z zawartością prażyć przez 30 min w temperaturze 600°C, ostudzić w eksykatorze 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 $1000 \div 5000$ Hz, o zakresie pomiarów $1 \div 10^4$ μ S.

b) Naczynko konduktometryczne.

5.3.4.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Wzorcowy 0,01n roztwór chlorku potasowego: 0,7459 g chlorku potasowego cz.d.a. rozpuścić w 1000 cm³ wody destylowanej. Przewodność właściwa tego roztworu wynosi $1,27 \cdot 10^3$ μ S/cm.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczenia. 10 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce o pojemności 250 cm³, dodać 100 cm³ wrzącej wody konduktometrycznej, podgrzać pod przykryciem do wrzenia i gotować przez 5 min. Następnie odstawić na 1 godz w celu ostudzenia i opadnięcia zawiesiny, po czym roztwór zdekantować znad osadu. Pobrać około 50 cm³ roztworu i umieścić w zlewce lub kolbie pojemności 50 cm³. Temperatura badanego roztworu powinna wynosić $20 \pm 1^\circ$ C. W roztworze badanym zanurzyć naczynko konduktometryczne i po upływie 5 min zmierzyć przewodność roztworu.

Równocześnie należy zmierzyć w analogicznych warunkach przewodność 100 cm³ 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 μ S/cm wg wzoru

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

w którym:

H - zmierzona przewodność elektryczna 0,01n roztworu chlorku potasowego, μ S,

γ - przewodność elektryczna właściwa 0,01n roztworu chlorku potasowego, wynosząca $1,27 \cdot 10^3$, μ S/cm,

α_1 - przewodność elektryczna wyciągu wodnego badanej próbki, μ S,

α_2 - przewodność elektryczna wody konduktometrycznej, μ S,

m - odważka badanej próbki, przypadająca na 100 cm³ 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 metoda czerwieni Konga

5.3.5.1. Sporządzanie folii do badań. W moździerzu porcelanowym dokładnie rozetrzeć 3 g badanego trójzasadowego siarczanu ołowianego, a następnie dodać 1 g stearyny technicznej i 60 g ftalanu dwu-

oktylowego (wg PN-66/C-88035). Po utarciu wsypać 136 g PCW T-70 i wszystkie składniki dokładnie wymieszać. Mieszankę 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-60/C-89063.

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 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5), przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór zawiera 0,01 mg Fe³⁺ w 1 cm³.

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

5.3.6.2. Wykonanie oznaczenia. 2 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce pojemności 150 cm³ i zadać 50 cm³ roztworu kwasu azotowego. Zawartość zlewki ogrzewać do wrzenia przez kilka minut, a następnie roztwór ostudzić i zadać 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego. Po ochłodzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po opadnięciu osadu pobrać ściśle 10 cm³ roztworu do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³, dodać 1 cm³ kwasu solnego (1,19), 5 cm³ roztworu rodanku amonowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Barwę tego roztworu należy porównać z barwą przygotowanego równocześnie roztworu porównawczego.

W kolbie pomiarowej pojemności 200 cm³ umieścić 20 cm³ 10-procentowego roztworu azotanu ołowianowego, 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Następnie pobrać ściśle 10 cm³ roztworu (po opadnięciu osadu) i umieścić go w cylindrze Nesslera pojemności 50 cm³ wraz z 1 cm³ kwasu solnego (1,19) oraz 5 cm³ 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 Mn²⁺ w 1 cm³: 0,0812 g MnSO₄ · 4H₂O rozpuścić w

wodzie, dodać 1 cm³ stężonego kwasu siarkowego i dopełnić w kolbie pomiarowej do 1000 cm³.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczenia. 2 g badanej próbki, odważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 50 cm³, zadać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego, po czym zawartość zlewki przykrytej szkiełkiem zegarkowym ogrzewać przez 10 min. Następnie roztwór przesączyć przez mały sączek do zlewki pojemności 50 cm³ i przemyć osad na sączku możliwie małą ilością wody. Zawartość zlewki uzupełnić do 15 cm³, dodać 1 cm³ 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 wykonane go w następujący sposób: w zlewce pojemności 50 cm³ umieścić 15 cm³ wody, 1 cm³ wzorcowego roztworu manganu, 1 cm³ 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

- Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Chloroform cz.d.a.
- Dwuchinolil (kuproina) cz., roztwór 0,1-procentowy w chloroformie (do sporządzenia roztworu należy użyć świeżo przedestylowanego chloroformu).
- Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.
- Alkohol etylowy, roztwór 95-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- Wzorcowy roztwór miedzi zawierający 0,01 mg Cu²⁺ w 1 cm³; 0,03928 g CuSO₄ · 5H₂O rozpuścić w wodzie, dodając 1 cm³ kwasu siarkowego (1,84) i dopełnić w kolbie pomiarowej do 1000 cm³.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczenia. 1 g badanej próbki, zważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 100 cm³ i zadać 20 ml nasyconego roztworu octanu amonowego. Po rozpuszczeniu próbki i ostudzeniu roztwór przenieść do małego rozdzielacza, dodać kilka miligramów chlorowodoru hydroksyloaminy, 2 cm³ roztworu dwuchinolilu i 5 cm³ 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 cm³ wzorcowego roztworu miedzi, 50 cm³ wody, kilka miligramów chlorowodoru hydroksyloami-

ny, 2 cm³ roztworu dwuchinolilu i 5 cm³ 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-58/C-04401 p. 2.4.

5.3.10. Określanie białości

5.3.10.1. Aparatura

- Leukometr firmy C. Zeiss.
- Wzorce białości cechowane przez firmę C. Zeiss.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczenia. 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 ołowianego w płaskim naczyniu pomiarowym napełniając je całkowicie, po czym wyrównać dokładnie powierzchnię próbki za pomocą stopki szklanej. Naczynie 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. Wzorzec trójzasadowego siarczanu ołowianego powinien być uzgodniony między dostawcą i odbiorcą.

5.3.11. Oznaczanie pozostałości na sicie należy wykonać zgodnie z PN-58/C-04401 p. 2.3, stosując odważkę 20 g badanej próbki, alkohol etylowy (roztwór 96-procentowy) jako ciecz zwilżającą, a wodę jako ciecz wymywającą.

6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do dnia 31 grudnia 1969 r. (data produkcji) dopuszcza się do obrotu trójzasadowy siarczan ołowianowy:

- o przewodności elektrycznej właściwej wyciągu wodnego w gatunku II najwyżej 30 μS/cm,
- o pozostałości na sicie o wymiarze boków oczek kwadratowych 0,063 mm:
 - dla gatunku I najwyżej 0,3%,
 - dla gatunku II najwyżej 0,5%,
- o wytrzymałości cieplnej co najmniej 55 min.

K O N I E C

BG PW
BN. 002732



4000000341087