

Surowce szklarskie	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-72
	Mączka dolomitowa do produkcji włókna szklanego	6714 - 17
		Gr.katal.VII-17 ^{1/}

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest mączka dolomitowa stosowana do produkcji włókna szklanego, zwana w dalszej treści normy mączką dolomitową.

1.2. Określenie. Mączka dolomitowa - produkt sypki, powstały przez zmielenie marmuru dolomitowego, którego głównym składnikiem jest węglan wapnia /CaCO₃/ i magnezu /MgCO₃/.

1.3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek
 PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zagłębniki do produktów sypkich i w kawałkach
 PN-72/C-84070 Kreda techniczna
 PN-71/M-94008 Sita i siatki z drutu. Wymiary oczek
 PN-70/P-79005 Worki papierowe

Dokumentacja geologiczna złoża marmuru dolomitowego "Odrzychowice" w kat. B+C, zatwierdzona przez Prezesa CUG dnia 28 lutego 1969 r. znak: KZK/012/K/1993/68/69.

2. OZNACZENIE

MĄCZKA DOLOMITOWA DO PRODUKCJI WŁÓKNA SZKLANEGO
BN-72/6714-17

1/SWW 1416-33

ZJEDNOCZENIE PRZEMYSŁU SZKLIARSKIEGO

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Szklarskiego w dniu 25.V.1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dn. 1.I.1973 r. /Mon.Pol.Nr.....poz...../

3. WYMAGANIA

Tablica 1

Lp.	Wymaganie	Zawartość % masy	
		nie mniej niż	nie więcej niż
1	Zawartość tlenku magnezowego /MgO/	19,0	21,0
2	Zawartość tlenku wapniowego /CaO/	31,0	33,0
3	Zawartość tlenku żelazowego /Fe ₂ O ₃ /	-	0,2
4	Części nierozpuszczalne w HCl	-	3,0
5	Wilgotność	-	0,4
6	Strata prażenia	-	48,0
7	Uziarnienie - pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego w mm: powyżej 2,0 0,15 - 2,0 0,075 - 0,15 poniżej 0,075	- - - 42,0	- 2,0 56,0 -
8	Surowiec do produkcji mączki	kamień łamany ze złoża marmuru dolomitowego "Odrzychowice" według zatwierdzonej dokumentacji przez Prezesa CUG z dn.28.II.69 r.	
9	Okres, w którym mączka dolomitowa opakowana i przechowywana wg 4, nie powinna wykazywać odchylen od wymagań normy, liczba dni od daty produkcji	120	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE, TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Mączkę dolomitową należy pakować w worki papierowe otwarte klejone, czterowarstwowe, w tym jedna warstwa z papieru dwuwarstwowego sklejonego asfaltem /1822-21/OK3+1AS/ wg PN-70/P-79005. Masa worka z mączką dolomitową powinna wynosić 50 kg z dopuszczalną odchyłką \pm 1 kg.

Na workach powinien być trwały, wyraźny napis zawierający co najmniej:

- a/ znak i nazwy wytwórni,
- b/ numer partii i datę produkcji,
- c/ oznaczenie wg 2,
- d/ masa netto 50 \pm 1 kg.

Wysokość liter i cyfr w napisie powinna wynosić co najmniej 20 mm.

4.2. Przechowywanie. Mączka dolomitowa w workach powinna być przechowywana w pomieszczeniach czystych, suchych i zabezpieczonych przed zawilgoceniem. Składowanie poszczególnych partii mączki dolomitowej powinno odbywać się oddzielnie, w sposób zabezpieczający przed uszkodzeniem opakowania z możliwością swobodnego dostępu do każdej partii.

Dopuszczalna ilość warstw składowania worków z mączką dolomitową w stosach wynosi 10.

4.3. Transport. Mączkę dolomitową pakowaną wg 4.1. należy przewozić krytymi wagonami lub innymi środkami transportu w warunkach zabezpieczających ją przed zawilgoceniem i uszkodzeniem opakowania.

Środki transportu powinny być suche i przed załadunkiem mączki dolomitowej należy je oczyścić.

Do transportu worki z mączką dolomitową należy układać w stosach, w warstwach nie większych niż 6 worków.

5. BADANIA

5.1. Program badań mączki dolomitowej obejmuje następujące oznaczenia:

- a/ zawartość wilgoci,
- b/ strat prażenia,
- c/ zawartość części nierozpuszczalnych w HCl,
- d/ zawartość tlenku wapniowego /CaO/,
- e/ zawartość tlenku magnezowego /MgO/,
- f/ zawartość tlenku żelazowego /Fe₂O₃/,
- g/ uziarnienia.

5.2. Wielkość partii nie powinna być większa niż 60 ton.

5.3. Częstotliwość badań. Badania należy prowadzić dla każdej partii przeznaczonej do odbioru.

5.4. Pobieranie próbek

5.4.1. Sposób pobierania, przygotowania i pakowania próbek do badań wg PN-67/C-04500 i PN/C-60010 oraz PN-71/M-94008.

5.4.2. Przyrządy do pobierania próbek wg PN-67/C-04500 i PN/C-60010

5.4.3. Wielkość i liczba próbek

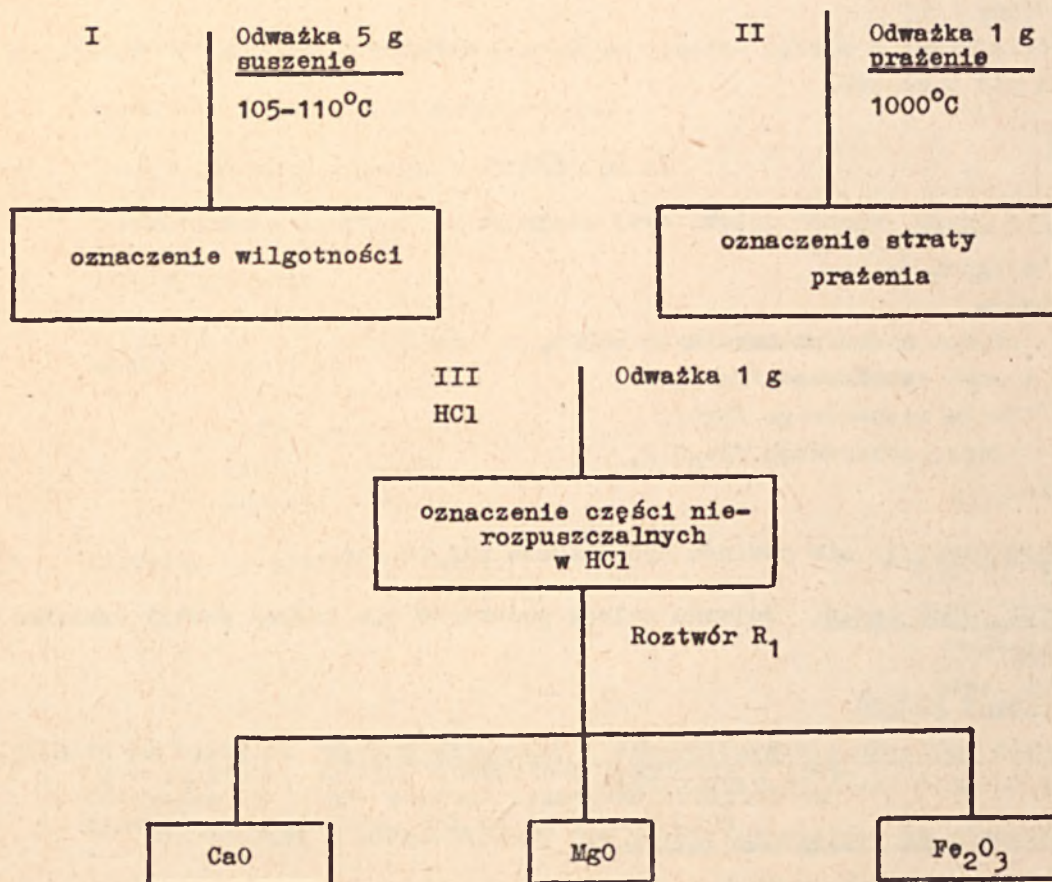
Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań jednostkowych, którą należy wylosować z partii do pobrania próbek pierwotnych	Wielkość próbki pierwotnej g	Liczba próbek pierwotnych z jednego opakowania jednostkowego	Wielkość próbki ogólnej g	Wielkość średniej próbki laboratoryjnej g
64-160	14	500	2	14000	1500
161-400	15			15000	
401-1000	16			16000	
1001-1200	16			16000	

5.5. Opis badań

5.5.1. Ogólne wymagania. Do wszystkich badań analitycznych należy stosować wodę destylowaną, odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. Próbkę do wszystkich oznaczeń należy odważać na wadze analitycznej z dokładnością do 0,00002 g.

5.5.2. Schemat badań



5.5.3. Oznaczenie wilgotności

5.5.3.1. Zasada oznaczania polega na ustaleniu zawartości wilgoci przez procentowy ubytek masy próbki przy suszeniu w temperaturze 105-110°C.

5.5.3.2. Przyrządy

- a/ naczynko wagowe z pokrywką,
- b/ szczytce,
- c/ suszarka laboratoryjna.

5.5.3.3. Wykonanie oznaczenia. Ze średniej próbki laboratoryjnej należy odważyć 5 g mączki dolomitowej do naczynka wagowego uprzednio wysuszonego do stałej masy, następnie zawartość naczynka wysuszyć w suszarce laboratoryjnej do stałej masy.

5.5.3.4. Obliczenie wyników. Zawartość wilgoci $/x_1/$ należy obliczać w % wg wzoru:

$$x_1 = \frac{n_1 - n_2}{n} \times 100$$

w którym: n_1 - masa naczynka z próbką przed suszeniem, g,
 n_2 - masa naczynka z próbką po wysuszeniu, g,
 n - odważka próbki przed suszeniem, g.

5.5.3.5. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekroczyć 5% wyniku mniejszego.

5.5.3.6. Wynik obliczania. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

5.5.4. Oznaczanie strat prażenia

5.5.4.1. Zasada oznaczania polega na ustaleniu ubytku masy próbki mączki dolomitowej po wyprażeniu w temp. 1000°C.

5.5.4.2. Przyrządy

- a/ piec muflowy,
- b/ tygle platynowe lub porcelanowe,
- c/ moździerz agatowy,
- d/ sito o wymiarach oczka kwadratowego 0,06 mm.

5.5.4.3. Sposób przygotowania próbki do badania

Ze średniej próbki laboratoryjnej należy pobrać około 5 g mączki dolomitowej, utrzyć w moździerzu agatowym do uziarnienia poniżej 60 mikronów i suszyć w temp. 105-110°C do stałej masy.

5.5.4.4. Wykonanie oznaczenia. Z próbki przygotowanej wg 5.5.4.3. odważyć 1 g mączki dolomitowej do tygla platynowego lub porcelanowego ogrzewając stopniowo do 1000°C i wyprażyć w tej temperaturze do stałej masy.

5.5.4.5. Obliczanie wyników. Stratę prażenia $/x_2/$ należy obliczać w % wg wzoru:

$$x_2 = \frac{n_1 - n_2}{n} \times 100$$

w którym: n_1 - masa tygla z próbką przed wyprażeniem, g,
 n_2 - masa tygla z próbką po wyprażeniu, g,
 n - odważka próbki przed oznaczeniem, g.

5.5.4.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 5% wyniku mniejszego.

5.5.4.7. Wynik obliczania. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

5.5.5. Oznaczanie części nierozpuszczalnych w HCl

5.5.5.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na rozpuszczeniu próbki mączki dolomitowej w kwasie solnym, odsączeniu części nierozpuszczalnych, wyprażeniu, zważeniu i obliczeniu procentowej ich zawartości.

5.5.5.2. Przyrządy

- a/ eksykator,
- b/ piec elektryczny z samoczynną regulacją temperatury, o zakresie do 1200°C,
- c/ tygiel porcelanowy,
- d/ zlewka o pojemności 400 cm³ i szkiełko nakrywkowe,
- e/ lejek szybkosączący,
- f/ cylinder miarowy na 25 cm³.

5.5.5.3. Odczynniki

- a/ kwas solny 1 + 1,
- b/ azotan srebra cz.d.a., roztwór 1%,
- c/ chlorek amonowy,
- d/ woda utleniona,
- e/ amoniak.

5.5.5.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki pozostałej po oznaczeniu zawartości wilgoci wg 5.5.3.3. należy odważyć na wadze analitycznej 1 g mączki dolomitowej. Odważkę przenieść do zlewki o pojemności 400 cm³ zwilżyć wodą, przykryć szkiełkiem nakrywkowym, dodać 20 cm³ kwasu solnego 1 + 1. Ogrzać do wrzenia i gotować przez 10 minut.

Następnie rozcieńczyć wodą do podwójnej objętości i przesączyć przez twardy sączek. Osad na sączku przemyć kilkakrotnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy. Sączek z osadem przenieść do tygla porcelanowego wyprażonego uprzednio do stałej wagi a następnie wysuszyć i prażyć w temperaturze 1000^o-1050^oC przez 1 godzinę, po czym zważyć tygiel z osadem. Przesącz należy zebrać do zlewki na 400 cm³, dodać kilka kropel wody utlenionej i ogrzać do wrzenia, dodać około 5 g chlorku amonowego zalkalizować amoniakiem /roztwór powinien mieć słabą woń amoniakalną/. Roztwór postawić na łaźni wodnej i po opadnięciu osadu szybko go odsączyć przez miękki sączek i osad przemyć kilkakrotnie gorącą wodą /osad P/. Przesącz zebrać do kolby miarowej o pojemności 250 cm³ /roztwór R₁/.

5.5.5.5. Obliczanie wyników. Zawartość części nierozpuszczalnych x₃ należy obliczać w % wg wzoru:

$$x_3 = \frac{a - b}{c_1} \times 100$$

w którym: a - masa tygla z wyprażonym osadem, g,

b - masa tygla, g,

c₁ - masa odważonej próbki, g.

5.5.5.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie powinna przekraczać 1,0%.

5.5.5.7. Wynik obliczania. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch równoległych oznaczeń.

5.5.6. Oznaczanie zawartości tlenku wapniowego CaO

5.5.6.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu jonów Ca^{2+} mianowanym roztworem wersenianu dwusodowego wobec kalcesu jako wskaźnika.

5.5.6.2. Przyrządy

- a/ biureta na 50 cm³ z automatycznym nastawieniem zera z dokładnością podziałki do 0,1 cm³,
- b/ pipeta o pojemności 25 cm³,
- c/ zlewka o pojemności 400 cm³ i szkiełko nakrywkowe,
- d/ kolba miarowa o pojemności 1000 cm³,
- e/ cylinder miarowy o pojemności 10 cm³,
- f/ 3 kolby stożkowe o pojemności 250 cm³.

5.5.6.3. Odczynniki i roztwory

- a/ kalces: 1 g kalcesu i 100 g chlorku sodowego cz.d.a. rozetrzeć starannie w miedzierzcu agatowym, a następnie wymieszać i przechowywać w naczyniu szklanym z doszlifowanym korkiem,
- b/ wzorcowy roztwór chlorku wapniowego: odważyć 5,0040 g węglanu wapniowego cz.d.a. wysuszonego poprzednio w ciągu 4 godzin w temperaturze 110°C i ostrożnie rozpuścić /pod przykryciem/ w 100 cm³ kwasu solnego /1+3/. Ogrzać do wrzenia, rozcieńczyć wodą do podwójnej objętości i przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 1000 cm³ i po ochłodzeniu do temperatury pokojowej dopełnić wodą do kreski. 1 cm³ roztworu odpowiada 0,0025 g CaO lub 0,0050 g CaCO₃,
- c/ wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 20%,
- d/ kwas solny cz.d.a., 1+3,
- e/ woda utleniona cz.d.a. roztwór 3%,
- f/ woda amoniakalna cz.d.a., 1+1,
- g/ chlorek amonowy cz.d.a.,
- h/ wersenian dwusodowy, roztwór około 0,05 M: odważyć 18,612 g dwuwodnego wersenianu dwusodowego cz.d.a. $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie, przelać ilościowo ze zlewki do kolby miarowej o pojemności 1000 cm³ i rozcieńczyć wodą do kreski.

Oznaczenie miana wersenianu dwusodowego /w gramach CaO/cm³/

Pobrać pipetą 25 cm roztworu wzorcowego wapnia do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³, rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 100 cm³, dodać kroplę oranżu metylowego i 20% wodorotlenku potasowego do zmiany barwy roztworu na żółtą i zakwaszyć kwasem solnym 1+3 do zmiany barwy z żółtej na różową. Dodać roztworu wersenianu dwusodowego z biurety w ilości mniejszej o kilka cm³ do potrzebnej do miareczkowania całej ilości jonów wapnia znajdującej się w roztworze.

Następnie dodać 10 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego, szczyptę kalcesu i miareczkować roztworem wersenianu do pierwszej zmiany barwy roztworu z różowej na niebieską bez odcienia fioletowego.

Następnie należy obliczać miano roztworu /M₁/ w g, wg wzoru:

$$M_1 = \frac{25 \times 0,0028}{V}$$

w którym: M_1 - ilość gramów CaO równoważna 1 cm³ nastawionego wersenianu,

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego użyta na zmiareczkowanie 25 cm³ roztworu wzorcowego Ca²⁺.

Miano wersenianu oznaczyć jako średnią arytmetyczną trzech oznaczeń.

5.5.6.4. Wykonanie oznaczania. Z roztworu R_1 przygotowanego wg 5.5.5.4. pobrać 25 cm³ do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³, rozcieńczyć wodą do 100 cm³ dodać kroplę oranżu metylowego i zakwasić kwasem solnym 1+3 do zmiany barwy roztworu na różową. Następnie dodać mianowanego roztworu wersenianu dwusodowego z biurety w ilości mniejszej o kilka cm³ do potrzebnej do zmiareczkowania całej ilości jonów Ca²⁺ znajdujących się w roztworze. Następnie dodać 10 cm³ 20% wodorotlenku potasowego, szczyptę kalcesu i kontynuować miareczkowanie wersenianu do pierwszej zmiany barwy roztworu z różowej na niebieską.

5.5.6.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu wapniowego X_4 należy obliczać w % wg wzoru:

$$X_4 = \frac{V_1 \times M_1 \times 10}{C_1} \times 100$$

w którym: V_1 - objętość 0,05 m wersenianu dwusodowego zużytego na zmiareczkowanie 25 cm³ roztworu R_1 , cm³,

M_1 - miano wersenianu dwusodowego czyli ilość gramów CaO równoważna 1 cm³ 0,05 m wersenianu dwusodowego,

C_1 = masa odważonej próbki mączki dolomitowej, g.

5.5.6.6. Dopuszczalna różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń nie powinna przekraczać 0,5%.

5.5.6.7. Wynik badania. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną otrzymaną z dwóch równoległych oznaczeń.

5.5.7. Oznaczanie zawartości tlenu magnezowego

5.5.7.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu mianowanym roztworem wersenianu sodowego wobec czerni eriochromowej jako wskaźnika.

5.5.7.2. Przyrządy

- biureta z automatycznie nastawionym zerem z dokładnością podziałki 1/10 cm³,
- cylinder miarowy 5 cm³, 10 cm³,
- pipeta miarowa 50 cm³.

5.5.7.3. Odczynniki i roztwory

- roztwór kwasu solnego 1+3,
- oranż metylowy 0,05%,
- wodorotlenek potasowy 20%,
- bufor amonowy: 67,5 g NH₄Cl i 570 cm³ 25% NH₄OH dopełnić wodą do 1000 cm³,
- czern eriochromowa, 1 g czerni eriochromowej ET i 100 g chloroku sodowego cz. da. rozetrzeć starannie w moździerz agatowym, wymieszać i przechowywać w naczyniu szklanym z doszlifowanym korkiem,
- trójetanolamina 30% roztwór alkoholowy,
- chlorowodorek hydroksylaminy,
- wersenian dwusodowy około 0,05 m,

1/ chlorek magnezowy, mianowany roztwór ok. 0,05 m - odważyć 2,0160 g tlenku magnezowego cz.d.a. przeprażonego w temperaturze 1000°C, rozpuścić w 60 cm³ kwasu solnego 1+3, ogrzać do wrzenia, rozcieńczyć wodą do podwójnej objętości, przemieścić ilościowo do kolby miarowej o pojemności 1000 cm³ i po ostygnięciu dopełnić do kreski wodą 1 cm³ roztworu odpowiada 0,002016 g MgO lub 0,004216 g MgCO₃.

Oznaczanie miana wersenianu dwusodowego /M₂/

Pobrać pipetą do kolby stożkowej 25 cm³ roztworu wzorcowego magnezu rozcieńczyć wodą do 100 cm³, dodać jedną kroplę oranżu metylowego i zobojętnić amoniakiem 1+1 do zmiany barwy roztworu na żółtą.

Następnie dodać 10 cm³ buforu, szczyptę czerni ET do uzyskania barwy różowej i miareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany barwy na niebieską.

$$M_2 = \frac{25 \times 0,0020}{V_2}$$

w którym: M₂ = ilość gramów MgO równoważna 1 cm³ nastawionego wersenianu dwusodowego,

V₂ = ilość cm³ wersenianu użytego do miareczkowania 25 cm³ roztworu wzorcowego Mg²⁺.

Miano wersenianu oznaczone jako średnia arytmetyczna trzech oznaczeń powinno pokrywać się z mianem oznaczonym przy użyciu roztworu wzorcowego wapnia /5.5.6.3./

5.5.7.4. Wykonanie oznaczenia

Z roztworu R₁ przygotowanego zgodnie z 5.5.6.4. odmierzyć pipetą 50 cm³ do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³, rozcieńczyć wodą do 100 cm³.

Dodać kroplę oranżu metylowego i zobojętnić kwasem solnym 1+3 do zmiany barwy roztworu na różową, następnie zalkalizować amoniakiem 1+1 do zmiany barwy na żółtą, dodać kilka kryształków chlorowodoru hydroksylaminy, 5 cm³ trójetanolaminy, wymieszać i pozostawić na 5 minut.

Następnie dodać 10 cm³ buforu, szczyptę czerni ET do uzyskania barwy różowej i miareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany barwy na niebieską.

5.5.7.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku magnezowego /X₅/ należy obliczać w % wg wzoru:

$$X_5 = \frac{a - 2b}{C_1} \cdot M_2 \cdot 5 \times 100$$

w którym: a = ilość zużytych cm³ roztworu wersenianu na miareczkowanie 50 cm³ roztworu R₁ w obecności czerni eriochromowej ET,

b = ilość cm³ wersenianu zużytego na miareczkowanie 25 cm³ roztworu R₁ w obecności kalcesu wg 5.5.6.3.,

M₂ = miano wersenianu dwusodowego czyli ilość gramów MgO równoważna 1 cm³ nastawionego wersenianu,

C₁ = masa odważonej próbki mączki dolomitowej w gramach wg 5.5.6.5.

5.5.7.6. Dopuszczalna różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń nie powinna przekraczać 0,5%.

5.5.7.7. Wynik badania. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch równoległych oznaczeń.

5.5.8. Oznaczanie zawartości tlenku żelazowego Fe_2O_3

5.5.8.1. Zasada oznaczenia. Tlenek żelazowy oznacza się fotokolorymetrycznie mierząc ekstynkcję żółtego zabarwienia związku kompleksowego żelaza z kwasem sulfosalicylowym.

5.5.8.2. Przyrząd

Fotokolorymetr z kompletnym wyposażeniem

5.5.8.3. Odczynniki i roztwory

a/ chlorowodorek hydroksylaminy,

b/ NH_4Cl 5%,

c/ kwas sulfosalicylowy 25%,

d/ woda amoniakalna 25%,

e/ roztwór wzorcowy soli Mohra: 0,4910 g niezwiertżającej soli Mohra $Fe/NH_4/2/SO_4/2 \cdot 6 H_2O$ zakwaszić 10 cm^3 HCl o o.wł. 1,19 i dopełnić wodą w kolbie miarowej do 1000 cm^3 . Z tego roztworu odmierzyć pipetą 50 cm^3 , przenieść do kolby miarowej o pojemności 250 cm^3 , dodać 5 cm^3 HCl i dopełnić wodą do kreski. 1 cm^3 tego roztworu odpowiada 0,02 mg Fe_2O_3 i służy do sporządzania krzywej wzorcowej.

5.5.8.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 odmierzyć z biurety takie ilości roztworu wzorcowego, aby stężenie w poszczególnych kolbkach Fe_2O_3 wynosiło 0,05 do 0,5 mg na 1000 cm^3 .

Do każdej kolbki dodać około 0,5 g chlorowodoru hydroksylaminy, 10 cm^3 roztworu NH_4Cl , 5 cm^3 kwasu sulfosalicylowego i kroplami wodę amoniakalną do żółtego zabarwienia roztworu, a następnie dodać jeszcze 5 cm^3 wody amoniakalnej. Po ochłodzeniu do temp. pokojowej dopełnić wodą do kreski, wymieszać i po upływie 30 minut mierzyć przy pomocy fotokolorymetru ekstynkcję stosując filtr niebieski /długości fali świetlnej 420 nm/.

Pomiar wykonać wobec roztworu porównawczego, zawierającego wszystkie odczynniki dodane do kolb z roztworem wzorcowym.

Pomiar ten wykonuje się trzykrotnie dla roztworu każdej z kolb i jako wartość ekstynkcji przyjmuje się średnią arytmetyczną.

Krzywą wzorcową wykreśla się odkładając na osi rzędnych ekstynkcję, a na osi odciętych stężenie Fe_2O_3 w mg na 100 cm^3 .

5.5.8.5. Wykonanie oznaczania. Osad "P" otrzymany wg pkt. 5.5.5.4. rozpuścić w 10 cm^3 kwasu solnego 1+1, przelać do kolby miarowej o pojemności 250 cm^3 , pobrać pipetą 50 cm^3 do kolby miarowej o pojemności 100 cm^3 , dodać następnie około 0,5 g chlorowodoru hydroksylaminy, 10 cm^3 roztworu NH_4Cl , 5 cm^3 roztworu kwasu sulfosalicylowego i kroplami wprowadzać wodę amoniakalną do zmiany barwy roztworu na żółtą.

Po uzyskaniu zabarwienia żółtego dodać jeszcze 5 cm^3 wody amoniakalnej. Ochłodzić do temperatury pokojowej, wymieszać i po 30 minutach mierzyć ekstynkcję przy pomocy fotokolorymetru stosując filtr niebieski.

Stopień stężenia Fe_2O_3 w badanej próbce odczytać za pomocą krzywej wzorcowej.

5.5.8.6. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku żelazowego X_6 należy obliczać w % wg wzoru:

$$X_6 = \frac{a \cdot V_1}{V_2 \cdot m \cdot 1000} \times 100$$

w którym: a = zawartość Fe_2O_3 w badanym roztworze odczytana z krzywej wzorcowej, mg
 V_1 = całkowita objętość roztworu próbki, cm^3 ,
 V_2 = objętość roztworu próbki pobrana do kolorymetrowania, cm^3 ,
m = odważka próbki przed oznaczeniem, g,
1000 = współczynnik przeliczeniowy mg na g.

5.5.8.7. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 5% wyniku mniejszego.

5.5.8.8. Wynik obliczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch równoległych oznaczeń.

5.5.9. Oznaczanie uziarnienie

5.5.9.1. Zasada oznaczania polega na przesiewaniu metodą sit podciśnionych, pobranej próbki mączki dolomitowej i ważeniu pozostałości na poszczególnych sitach.

5.5.9.2. Przyrządy

- a/ komplet sit kontrolnych o splocie płóciennym i oczkach kwadratowych. Wymiary oczek wg tablicy 2,
- b/ sito pneumatyczne "Alpina" - typ laboratoryjny, silnik napędzany prądem o napięciu 220 V. Gniazdko ze stykiem ochronnym, zegar programowy, pokrywka z pleksiglasu, młotek do opukiwania,
- c/ odkurzacz o określonym podciśnieniu wraz z wężem ssawnym i kablem, gniazdko ze stykiem ochronnym,
- d/ ciśnieniomierz - wskaźnik manometryczny.

5.5.9.3. Sposób przygotowania próbki. Ze średniej próbki laboratoryjnej przeznaczonej do badań należy pobrać metodą kwartowania 50 g mączki dolomitowej do jednej analizy uziarnienia. Dokładność ważenia 0,01 g.

5.5.9.4. Wykonanie oznaczania. Czyste i suche sito o wym. oczek 0.075 mm umieszcza się na przyrządzie dopasowując szczelnie za pomocą znajdujących się na dolnym brzegu uszczelkach gumowych. Dokładnie odważoną próbkę mączki dolomitowej wysuszonej w temperaturze $105^{\circ}C$ do stałej masy, przenosi się na sito i rozprowadza równomiernie pędzlem na powierzchni sita.

Następnie przykrywamy sito pokrywką z pleksiglasu i nastawiamy czas obrotu na tarczy zegarowej na okres 5 minut, włączając równocześnie odkurzacz. Materiał przylegający do pokrywki usuwa się przez stukanie w gałkę pokrywki plastikowym młotkiem lub podnoszenie pokrywki i oczyszczenie, rozcierając skupiska miękkim pędzlem.

Po upływie 5 minut wyłączamy odkurzacz, a pozostałość na sicie ważymy dokładnie na wytarowanym szkiełku zegarowym.

Z kolei ustawiamy jak poprzednio sito o wymiarze oczek 0,15. Umieszczamy na nim pozostałość z poprzedniego przesiewania i powtarzając wszystkie czynności jak poprzednio nastawiamy czas na 3 minuty.



Następną pozostałość umieszczamy na sicie o wymiarze oczek 2,0 mm i powtarzamy operację jw. nastawiając czas na 2 minuty. Po skończonej analizie należy każdorazowo wytrząść worek filtracyjny odkurzacza. Należy wykonać co najmniej trzy analizy granulometryczne pełne.

5.5.9.5. Dopuszczalne różnice między wynikami trzech równoległych analiz nie powinny przekraczać wielkości procentowych podanych w tabelicy 4.

Tablica 4

Przy pozostałości na sicie	Dopuszczalne różnice
do 1%	0,1%
1-5%	0,3%
5-20%	0,6%
powyżej 20%	1,0%

5.5.9.6. Wynik obliczania. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną z trzech równoległych oznaczeń /analiz uziarnienia/.

5.6. Ocena partii. Partię mączki dolomitowej należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie przeprowadzone badania określone wg 5.1. wykazały zgodność z postanowieniami rozdziału 3.

5.7. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Do każdej dostarczonej partii mączki dolomitowej wytwórca jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach badań z równoczesnym podaniem:

- a/ numeru partii,
- b/ wielkości partii,
- c/ datę wykonania badań,
- d/ nazwę i adres wytwórcy,
- e/ oznaczenie wg 2.

6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

W okresie do dnia 31 grudnia 1974 r. dopuszcza się w zakresie postanowień punktu 5.5.8. stosowanie do oznaczania zawartości tlenku żelazowego Fe_2O_3 metodą wg 5.2.4. PN-72/C-84070 oraz wykonywanie przez Krośnieńskie Huty Szkła badań składu chemicznego w zakresie oznaczeń wg 5.1. a/ + f/ dla każdej dostarczonej partii mączki dolomitowej.

K O N I E C