7121

UKD 661 846 22

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Tlenek magnezowy techniczny lekki	BN-67 6013-03 Grupa katalogowa X 11

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest techniczny tlenek magnezowy lekki, którego głównym składnikiem jest tlenek magnezowy.

1.2. Zakres zastosowania przedmiotu normy. Tlenek magnezowy techniczny lekki jest stosowany głównie w przemyśle gumowym jako wypełniacz, w przemyśle tworzyw sztucznych, farmaceutycznym, kosmetycznym oraz w produkcji materiałów wybuchowych.

1.3. Normy związane

PN-56/C-02200 Wymagania techniczne i przepisy analityczne w normach

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

PN-54/C-04521 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości żelaza w produktach chemicznych metodą kolorymetryczną

PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych

BN-64/6851-10 Szkło laboratoryjne. Cylindry pomiarowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Zależnie od gęstości nasypowej i zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki tlenku magnezowego technicznego lekkiego oznaczone symbolami I i II.

2.2. Przykład oznaczenia tlenku magnezowego technicznego lekkiego, gatunku I:

TLENEK MAGNEZOWY TECHNICZNY LEKKI I BN-67/6013-03

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 21 września 1967 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1968 r
(Mon Pol nr 68/1967 poz 330)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 1 00 Nakł 2200 +135 Zam 3706/67 Cena zł 6 00

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Zawartość tlenku magnezowego, %, co najmniej	93	91
b) Zawartość tlenku wapniowego, %, najwyżej	0,3	0,5
c) Gęstosc nasypowa, g/l, najwyżej	150	200
d) Straty suszenia w temperaturze 105°C, %, najwyżej	1,0	1,0
e) Straty prażenia, %, najwyżej	5	8
f) Zawartośc substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, najwyżej[1]	0,2	0,5
g) Zawartosć żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,03	0,1
h) Zawartosc chlorkow (Cl^-), %, najwyżej[1]	0,02	0,1
i) Zawartośc siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej[1]	0,1	0,2
j) Zawartośc metali ciężkich grupy siarkowodorowej w przeliczeniu na Pb^{2+}, %, najwyżej[1]	0,005	0,01
k) Pozostałość na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,125 mm, %, najwyżej	0,0	0,0
l) Pozostałośc na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,063 mm, %, najwyżej	2,0	2,0

[1] Oznacza się na żądanie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Tlenek magnezowy techniczny lekki należy pakować po 15 lub 20 kg do worków z folii nie przepuszczających wilgoci umieszczonych wewnątrz czterowarstwowych worków papierowych. Worki papierowe powinny mieć dno zeszyte, szew uszczelniony papierem krepowanym. Dopuszcza się pakowanie tlenku magnezowego technicznego lekkiego do worków z odpowiednio wytrzymałej folii polietylenowej lub innej folii nie przepuszczającej wilgoci, bez użycia worków papierowych oraz worków papierowych pięciowarstwowych z wewnętrzną warstwą powlekaną polietylenem. Zamknięcia worków z folii wykonuje się za pomocą spawania. Znakowanie opakowania - wg PN-60/N-79002. Na opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający:

a) nazwę lub znak wytwórni,
b) oznaczenie wg 2.2,
c) wagę brutto i netto,
d) znak KT.

4.2. Przechowywanie. Tlenek magnezowy techniczny lekki należy przechowywać w suchym i czystym pomieszczeniu. Chronić przed zawilgoceniem. W razie niecałkowitego opróżnienia worek należy szczelnie zamknąć w celu dalszego przechowywania.

4.3. Transport. Tlenek magnezowy techniczny lekki należy przewozić w wagonach krytych, czystych, wyłożonych papierem pakowym. Niewielkie partie można przewozić w krytych samochodach ciężarowych.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 350 worków napełnionych produktem w jednym gatunku.

5.2. Pobieranie próbek. U producenta próbki należy pobierać z worków, natychmiast po ich napełnieniu, przed skontrolowaniem masy (wagi) opakowania. Próbki należy pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010 z każdego co najmniej 5 worka.

U odbiorcy należy stosować zasady podane w PN/C-04507. Z partii produktu podlegającej odbiorowi, w zależności od licznosci partii, należy pobrac w sposób losowy liczbę opakowan podaną w tablicy.

Liczba opakowan w partii	Liczba opakowan jednostkowych, którą należy wybrac do pobrania probek
do 8	wszystkie
9- 15	6
16- 25	9
26- 63	12
64-160	14
161-250	15
251-350	16

Próbki należy pobierać w atmosferze nie przekraczającej 80% wilgotności względnej w granicach temperatur 19 - 25°C.

Próbki należy pobierać zgłębnikiem 5 wg PN/C-60010 zanurzając go do 3/4 głębokosci opakowania.

Średnią próbkę laboratoryjną w ilości 0,3 kg przygotować w czasie nie dłuższym niż 30 min, wg PN/C-04506.

Próbkę przechowywać w ciągu 1 miesiąca od daty wysyłki. Wybór laboratorium rozjemczego uzgadniają między sobą dostawca i odbiorca.

5.3. Rodzaje badań

5.3.1. Oznaczanie zawartosci sumy tlenków magnezowego i wapniowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

b) Bufor amonowy: odważyć 70 g chlorku amonowego cz.d.a., rozpuścić w około 250 ml wody, dodać 570 ml wody amoniakalnej cz.d.a. (0,91), dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemnosci 1000 ml i wymieszać.

c) Wskaźnik: do 100 g chlorku sodowego cz.d.a. wysuszonego w temperaturze 105°C dodać 0,25 g czerni eriochromowej, wymieszać i rozetrzeć w moździerzu.

d) Siarczan magnezowy, roztwór ściśle 0,05m: siarczan magnezowy ($MgSO_4$ $7H_2O$ cz.d.a.) wysuszyć w temperaturze 105°C, a następnie wyprażyć w temperaturze 350 - 400°C do stałej masy i ostudzić w eksykatorze. Z tak przygotowanego bezwodnego siarczanu magnezowego odważyć 6,0190 g z dokładnością do 0,002 g, rozpuscić w wodzie, a następnie dopełnić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml i wymieszać.

e) Wersenian dwusodowy, roztwór około 0,05m. odważyć 18,81 g werseniana dwusodowego cz.d.a., rozpuścić w wodzie, a następnie dopełnic wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml i wymieszać.

Molarność roztworu werseniana dwusodowego oznaczyć w następujący sposób. Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć z biurety 40 ml 0,05m roztworu siarczanu magnezowego, dodać 50 ml wody, 5 ml buforu amonowego oraz 0,7 - 1 g wskaznika i miareczkować roztworem werseniana dwusodowego do zmiany barwy z czerwonej na niebieską.

Molarność roztworu werseniana dwusodowego (M) obliczyć wg wzoru

$$M = \frac{40 \quad 0,05}{V} = \frac{2}{V} \tag{1}$$

w którym V - objętość roztworu werseniana dwusodowego zużytego do zmiareczkowania roztworu siarczanu magnezowego, ml.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,0002.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g badanego tlenku magnezowego z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemnosci 250 ml, dodać około 20 ml wody, następnie 50 ml roztworu kwasu solnego, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i gotować do rozpuszczenia się próbki. Po rozpuszczeniu zawartość zlewki ostudzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu pobrać pipetą 10 ml do kolby stożkowej po-

jemności 300 ml, dodać około 80 ml wody, 5 ml buforu amonowego oraz 0,7 - 1 g wskaźnika i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwonej na niebieską. Pozostały w kolbie pomiarowej roztwór zachować do oznaczan wg 5.3.2 oraz 5.3.8.

Zawartość sumy tlenków magnezu i wapnia w przeliczeniu na tlenek magnezowy (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \quad M \cdot 0,04032 \quad 500 \quad 100}{m \cdot 10} = \frac{V \quad M \quad 201,6}{m} \qquad (2)$$

w którym:

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania próbki, ml,

M - molarność roztworu wersenianu dwusodowego, obliczona wg wzoru (1),

m - odważka próbki, g,

0,04032 - ilość tlenku magnezowego odpowiadająca 1 ml 1m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,4%.

5.3.2. Oznaczanie zawartości tlenku wapniowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek trójetanoloaminy cz.d.a.

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.

c) Wodorotlenek potasowy cz.d.a.

d) Wskaźnik: do 100 g chlorku sodowego cz.d.a. wysuszonego w temperaturze 105°C dodać 0,25 g kalcesu, wymieszać i rozetrzeć w moździerzu.

e) Chlorek wapniowy, roztwór ściśle 0,01m: węglan wapniowy cz.d.a. wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105°C i ostudzić w eksykatorze. Z tak przygotowanego, suchego węglanu wapniowego odważyć 1,009 g z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 100 ml, dodać około 20 ml wody, następnie powoli 8 ÷ 10 ml roztworu kwasu solnego cz.d.a. (1+1), nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i gotować do rozpuszczenia węglanu wapniowego. Po rozpuszczeniu zawartość zlewki ostudzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dopełnić do kreski wodą i wymieszać.

f) Wersenian dwusodowy, roztwór. około 0,01m rozcieńczyć roztwór wersenianu wg 5.3.1.1 e) w stosunku 1:4.

Molarność roztworu wersenianu dwusodowego oznaczyć w następujący sposób. Do kolby stożkowej pojemności 500 ml odmierzyć za pomocą biurety lub pipety 25 ml roztworu wersenianu dwusodowego, rozcieńczyć wodą do około 200 ml i dodać 4,5 ÷ 5 g wodorotlenku potasowego.

Po rozpuszczeniu się wodorotlenku dodać 0,5 ÷ 0,7 g wskaźnika i miareczkować 0,01m roztworem chlorku wapniowego do pierwszej trwałej zmiany barwy z niebieskiej na różową. Molarność roztworu wersenianu dwusodowego (M_1) obliczyć wg wzoru

$$M_1 = \frac{V \cdot 0,01}{25} = V \quad 0,0004 \qquad (3)$$

w którym V - objętość 0,01m roztworu chlorku wapniowego zużytego do miareczkowania roztworu wersenianu dwusodowego, ml.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,0002.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 500 ml pobrać pipetą 100 ml roztworu próbki przygotowanego wg 5.3.1.2, dodać kolejno 100 ml wody, 0,7 ÷ 1 g chlorowodorku trójetanoloaminy, około 0,1 g chlorowodorku hydroksyloaminy i odmierzyć pipetą lub biuretą 25 ml roztworu wersenianu dwusodowego. Następnie dodać 9 ÷ 10 g wodorotlenku potasowego, a po jego rozpuszczeniu 0,5 - 0,7 g wskaźnika i miareczkować 0,01m roztworem chlorku wapniowego do pierwszej trwałej zmiany barwy z niebieskiej na różową.

Zawartość tlenku wapniowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{25\ M_1 - V \cdot 0{,}01\ \ 0{,}05608 \cdot 500\ \ 100}{m\ \ 100} = \tag{4}$$

$$= \frac{25\ M_1 - V\ \ 0{,}01}{m} \cdot 28{,}04$$

w którym:

V - objętość 0,01m roztworu chlorku wapniowego zużytego do miareczkowania próbki, ml,

M_1 - molarnosć roztworu wersenianu dwusodowego, obliczona wg wzoru (3),

m - odważka próbki wg wzoru (2), g,

0,05608 - ilość tlenku wapniowego odpowiadająca 1 ml 1m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,04%.

5.3.3. Obliczanie zawartości tlenku magnezowego. Zawartość tlenku magnezowego (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = X_1 - X_2 \cdot 0{,}719 \tag{5}$$

w którym:

X_1 - zawartość sumy tlenków magnezowego i wapniowego w przeliczeniu na tlenek magnezowy, obliczona wg wzoru (2),

X_2 - zawartość tlenku wapniowego, obliczona wg wzoru (4),

0,719 - mnożnik przeliczeniowy tlenku wapniowego na tlenek magnezowy.

5.3.4. Oznaczanie gęstości nasypowej

5.3.4.1. Aparatura i przyrządy

a) Rura nasypowa wg rys. 1 i 2.

b) Cylinder pomiarowy pojemności 25 ml z podziałką przynajmniej co 0,5 ml wg BN-64/6851-10, ucięty i oszlifowany na wysokości skali 25 ml.

c) Łyżeczka o pojemności około 2 ml.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Rurę nasypową umieścić pionowo w statywie. Pod dolnym końcem rury w odstępie 2 - 3 mm ustawić odważony z dokładnością do 0,001 g cylinder pomiarowy. Około 100 g badanej próbki przesiać przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,125 mm w sposób podany w 5.3.12. Przesianą próbkę nabierać łyżeczką i wsypywać do rury do osiągnięcia objętości 25 ml produktu w cylindrze pomiarowym. Cylinder zważyć z dokładnością do 0,001 g.

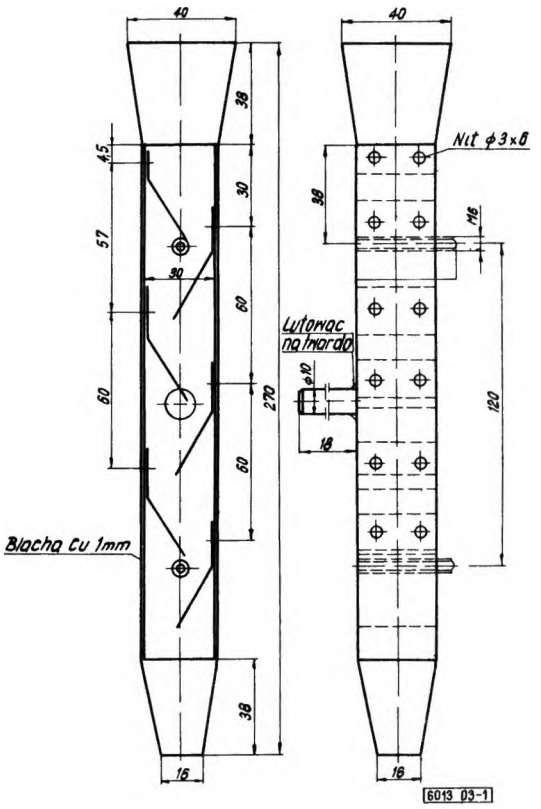
Gęstość nasypową (X_4) obliczyć w g/l wg wzoru

$$X_4 = \frac{m \cdot 1000}{25} = m \cdot 40 \tag{6}$$

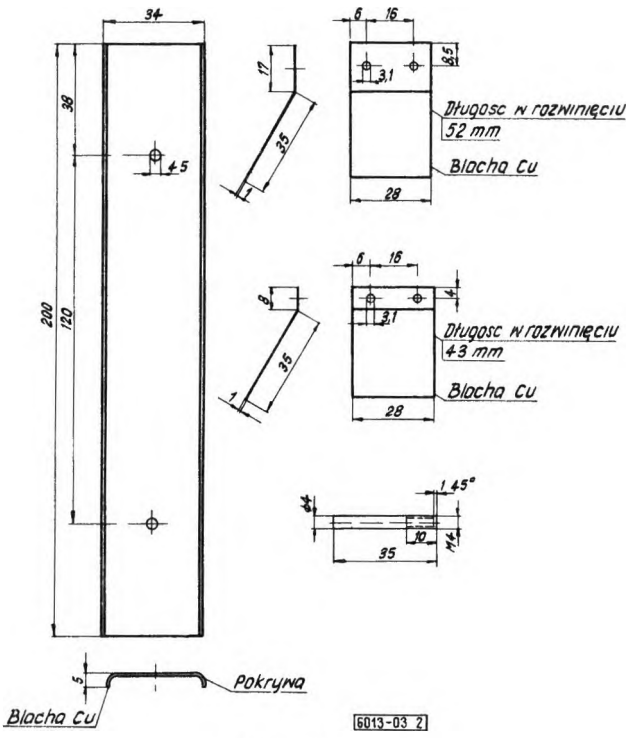
w którym:

m - masa próbki zawarta w cylindrze pomiarowym, g.

mm



Rys. 1



Rys. 2

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan, między którymi różnica nie przekracza 5 g/l.

5.3.5. Oznaczanie strat suszenia w temperaturze 105°C. W naczyńku wagowym o średnicy 45 mm odważyć około 2 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g. Suszyć w suszarce w temperaturze 105 ±2°C przez 2 godz. Po ostudzeniu zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Straty suszenia (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m \ 100}{m_1} \tag{7}$$

w którym:

m - strata na masie po wysuszeniu próbki, g,

m_1 - odważka próbki, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,05%.

5.3.6. Oznaczanie strat prażenia. W tyglu porcelanowym wyprażonym do stałej masy odważyć około 1 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g, po czym prażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 900 ÷ 950°C do stałej masy. Po ostygnięciu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Straty prażenia (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \tag{8}$$

w którym:

m - strata na masie po wyprażeniu próbki, g,

m_1 - odważka probki, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,2%.

5.3.7. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym

5.3.7.1. Przyrządy

a) Urządzenie do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

b) Tygiel szklany do sączenia G4.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 400 ml, dodać 10 ml wody, a następnie 50 ml roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować przez około 5 min. Zawartość zlewki rozcieńczyć około 100 ml gorącej wody i przesączyć przez tygiel szklany wysuszony uprzednio do stałej masy w temperaturze 105°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Tygiel z osadem przemywać gorącą wodą aż do zaniku reakcji na jon chlorkowy, wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105°C i zważyć z taką samą dokładnością jak uprzednio. Przesącz należy przechować do oznaczania zawartości siarczanów wg 5.3.10.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \qquad (9)$$

w którym:

m - masa pozostałości po wysuszeniu, g,

m_1 - odważka próbki, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyzej o 0,05%.

5.3.8. Oznaczanie zawartosci żelaza (Fe^{3+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

b) 2,2′-Dwupirydyl cz.d.a., roztwór: w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml rozpuścić 1 g 2,2′-dwupirydylu w alkoholu etylowym 96-procentowym. Dopełnić alkoholem etylowym do kreski i wymieszać.

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór: 10 g chlorowodorku hydroksyloaminy rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

d) Roztwór podstawowy zelaza wg PN/C-06500, rozcieńczony w stosunku 1:9. 1 ml roztworu zawiera 0,1 mg Fe^{3+}.

e) Roztwór buforowy: 500 g octanu sodowego ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) cz.d.a. rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemnosci 1000 ml, dodać 10 ml kwasu octowego lodowatego cz.d.a. i dopełnić wodą do kreski.

5.3.8.2. Przyrządy. Fotokolorymetr Pulfricha z filtrem S-53 lub inny typ fotokolorymetru z filtrem o długości fali 530 nm.

5.3.8.3. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć po 10 ml roztworu kwasu solnego i 20 ml wody. Poczynając od drugiej kolby odmierzyć następujące objętości roztworu podstawowego żelaza: 0,3; 0,6; 0,9; 1.2; 1,5; 2,0 ml. Następnie do wszystkich kolb odmierzyć po 5 ml roztworu chlorowodorku hydroksyloaminy, 5 ml roztworu 2,2′-dwupirydylu, 20 ml roztworu buforowego, do-

pełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Po 30 min zmierzyć ekstynkcję czerwono zabarwionego roztworu za pomocą fotokolorymetru Pulfricha z filtrem S-53 w kuwecie o grubości warstwy 5 cm. Jako roztwór porównawczy służy roztwór w pierwszej kolbie. Na osi rzędnych odkładać wartości ekstynkcji, a na osi odciętych odpowiadające stężenie żelaza w mg Fe^{3+} na 100 ml, po czym wykreślić krzywą.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml pobrać pipetą 10 ml roztworu wg 5.3.1.2, dodać 10 ml roztworu kwasu solnego, 20 ml wody, 5 ml roztworu chlorowodorku hydroksyloaminy, 5 ml roztworu 2,2'-dwupirydylu, 20 ml roztworu buforowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po 30 min zmierzyć ekstynkcję za pomocą fotokolorymetru Pulfricha z filtrem S-53 w kuwecie o grubości warstwy 5 cm, wobec roztworu porównawczego (roztwór z kolby 1 wg 5.3.8.3).

Za pomocą krzywej wzorcowej odczytać stężenie żelaza odpowiadające zmierzonej ekstynkcji.

Zawartość żelaza (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{a \quad 500 \quad 100}{m \quad 10 \quad 1000} = \frac{a \cdot 5}{m} \qquad (10)$$

w którym:

a - zawartość żelaza odczytana z krzywej, mg,

m - odważka próbki wg wzoru (2).

Jako metodę równorzędną dopuszcza się oznaczanie żelaza metodą rodankową wg PN-54/C-04521 sposób A.

5.3.9. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. stężony (1,4).

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Ałun amonowo-żelazowy cz.d.a., roztwór nasycony zadany kwasem azotowym cz.d.a. (1,4) do zniknięcia brązowego zabarwienia.

d) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 250 ml odważyć 20 g badanej próbki z dokładnością do 0,01 g, dodać około 50 ml wody i wymieszać. Zlewkę wstawić w naczynie z zimną wodą i przy stałym mieszaniu dodać małymi porcjami 80 ml kwasu azotowego tak, aby temperatura roztworu próbki nie przekroczyła 50°C, ostudzić do temperatury pokojowej i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml. Do kolby odmierzyć za pomocą półmikrobiurety 10 ml roztworu azotanu srebra w przypadku badania tlenku magnezowego I gatunku albo 20 ml przy badaniu II gatunku tlenku magnezowego, zamknąć kolbę korkiem, wytrząsać jej zawartość tak długo, aż utworzony osad zbije się w kłaczki, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór sączyć przez suchy twardy sączek do suchej zlewki, odrzucając pierwszą część przesączu.

Za pomocą pipety pobrać 100 ml klarownego przesączu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 2 ml roztworu ałunu amonowo-żelazowego i miareczkować za pomocą półmikrobiurety nadmiar roztworu azotanu srebra roztworem rodanku amonowego do zmiany barwy na czerwoną.

Zawartość chlorków (X_9) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{V \cdot N - 2\ V_1\ N_1\ 0{,}03546\ 100}{m} = \frac{V\ N - 2\ V_1\ N_1}{m} \cdot 3{,}546 \qquad (11)$$

w którym:

V - objętość roztworu azotanu srebra odmierzonego do próbki w kolbie pomiarowej, ml,

V_1 - objętość roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania nadmiaru azotanu srebra w połowie próbki, ml,

N - normalność roztworu azotanu srebra,

N_1 - normalność roztworu rodanku amonowego,

m - odważka próbki, g,

0,03546 - ilość jonu chlorkowego odpowiadająca 1 ml 1n roztworu azotanu srebra, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,005%.

5.3.10. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Czerwień metylowa, roztwór 0,1-procentowy.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

d) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 1+1.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. Przesącz wg 5.3.7.3 przenieść ilościowo do zlewki pojemności 400 ml, dodać 2 ÷ 3 krople roztworu czerwieni metylowej, następnie wody amoniakalnej do zmiany barwy na żółtą, zakwasić kilku kroplami roztworu kwasu solnego, dodać w nadmiarze 2 ml tego kwasu na każde 100 ml roztworu próbki i zagotować. Do wrzącego roztworu wkroplić około 15 ml roztworu chlorku barowego tak, aby nie przerwać wrzenia cieczy, gotować przez około 5 min i odstawić próbkę na okres około 2 godz w temperaturze 60 - 70°C. Powstały osad odsączyć przy użyciu twardego sączka ilościowego i przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy. Sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, wysuszyć, spalić i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 800°C do stałej masy, po czym tygiel z osadem zważyć z taką samą dokładnością jak poprzednio.

Zawartość siarczanów SO_4^{2-} (X_{10}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{10} = \frac{m \cdot 0,4115 \ 100}{m_1} = \frac{m}{m_1} \cdot 41,15 \qquad (12)$$

w którym:

m - masa wyprażonego osadu, g,

m_1 - odważka próbki wg wzoru (9), g,

0,4115 - mnożnik przeliczeniowy siarczanu barowego na jon siarczanowy.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,01%.

5.3.11. Oznaczanie zawartości metali ciężkich grupy siarkowodorowej w przeliczeniu na Pb^{2+}

5.3.11.1. Przyrządy. Dwa cylindry kolorymetryczne pojemności 50 ml.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

b) Woda amoniakalna cz.d.a. (0,91).

c) Kwas octowy cz.d.a. lodowaty.

d) Woda siarkowodorowa świeżo przyrządzona.

e) Wzorcowy roztwór ołowiu: odważyć 1,831 g octanu ołowiawego [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] cz.d.a. i rozpuścić w około 100 ml wody zawierającej 1 - 2 ml kwasu octowego. Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić do kreski i wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 10 ml, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml tak rozcienczo-

nego roztworu zawiera 0,01 mg Pb^{2+}. Rozcieńczony roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

5.3.11.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki w przypadku badania tlenku magnezowego I gatunku lub 1 g tlenku magnezowego II gatunku i przenieść ilościowo do zlewki pojemności 200 ml. Do zlewki dodać około 20 ml wody, ogrzać niemal do wrzenia, dodawać kroplami roztwór kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Ostudzić do temperatury pokojowej, zobojętnić za pomocą wody amoniakalnej wobec papierka lakmusowego, dodać z pipety lub biurety 0,5 ml kwasu octowego, przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego i rozcieńczyć wodą do 40 ml.

Do drugiego takiego samego cylindra odmierzyć 10 ml rozcieńczonego, wzorcowego roztworu ołowiu, dodać 0,5 ml kwasu octowego i rozcieńczyć wodą do 40 ml.

Do roztworu wzorcowego i badanego dodać po 10 ml wody siarkowodorowej, wymieszać i po 10 min porównać zabarwienia roztworów. Roztwory obserwować z góry, umieszczając cylindry na białym tle.

Zabarwienie roztworu próbki powinno być słabsze lub najwyżej równe zabarwieniu roztworu wzorca.

5.3.12. Oznaczanie stopnia rozdrobnienia. 10 g tlenku magnezowego technicznego lekkiego odważonego z dokładnością do 0,01 g przesiać przez sita o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,125 i 0,063 mm.

Przesiewanie odbywa się w ten sposób, że początkowo należy potrząsać sitem, a następnie przecierać miękkim pędzlem tak długo, aż na ciemny papier położony pod sita nie będzie przechodzić badana próbka. Pozostałość na sicie zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,04% przy przesiewie przez sito o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,125 mm, a o 0,5% przy przesiewie przez sito o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,063 mm.

5.3.13. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-56/C-02200.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-67/6013-03

Niniejsza norma zastępuje ZN-63/MPCh/Sch-254.