wycof 30.12.94
Uchw. nr 31/94-O

UKD 622.817:628.511.133

MATERIAŁY I ELEMENTY BUDOWLANE DLA POTRZEB GÓRNICTWA	NORMA BRANŻOWA ob. PN-G-11020 Pył wapienny do hamowania wybuchów pyłu węglowego w kopalniach	BN-75 :94 / 6791-08 Zamiast BN-65/6791-08 Grupa katalogowa I 07

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pył wapienny stosowany do opylania wyrobisk oraz tworzenia zapór pyłowych w celu hamowania wybuchów pyłu węglowego w kopalniach.

1.2. Określenia

1.2.1. Pył wapienny — materiał o własnościach określonych niniejszą normą, otrzymywany przez rozkruszenie i zmielenie wysokoprocentowego kamienia wapiennego.

1.2.2. Lotność pyłu dobra — lotność, przy której pojedyncze ziarna pyłu odrywają się łatwo od podłoża już przy słabych podmuchach i pył tworzy w powietrzu dobrze rozproszony obłok, zaś wyżłobienia powierzchni pyłu w naczynku stanowią łagodne wgłębienie w kształcie muszli, a próbka pyłu ściśnięta w ręce przecieka przez palce.

1.2.3. Stopień rozdrobnienia pyłu — określenie procentowego udziału trzech frakcji uzyskanych przez przesianie pyłu przez sita o wielkości oczek 1,0 i 0,075 mm.

1.2.4. Wilgotność pyłu — zawartość wilgoci całkowitej w pyle, wyrażona w procentach wagowych.

1.2.5. Wodoodporność pyłu dobra — wodoodporność, przy której pojedyncze ziarna pyłu utrzymują się na powierzchni wody w naczyniu co najmniej w ciągu 2 godz.

1.2.6. Odporność na składowanie wilgotne — określenie przyrostu wilgotności w pyle po 7 dniach dla pyłu zwykłego i po 21 dniach dla pyłu wodoodpornego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. Rozróżnia się dwa rodzaje pyłu wapiennego:

a) zwykły — bez dodatków,

b) wodoodporny — z dodatkiem środka hydrofobizującego.

2.2. Przykład oznaczenia

a) pyłu wapiennego zwykłego:

PYŁ WAPIENNY ZWYKŁY BN-75/6791-08

Zgłoszona przez Zjednoczenie Budowlano-Montażowe Przemysłu Węglowego OBRBW
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Budowlano-Montażowego Przemysłu Węglowego dnia 27 czerwca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1976 poz. 14)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1976. Wpływ do WN 6.8.75. Oddano do składu 15.10.75. Cena zł 6,00
Druk ukończono w lutym 76. Obj. 1,50 ark. wyd. Nakład 2200+54 egz. Zam. 3334/75

b) pyłu wapiennego wodoodpornego:

PYŁ WAPIENNY WODOODPORNY BN-75/6791-08

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Pył wapienny nie może zawierać składników trujących jak związki arsenu, antymonu i ołowiu.

3.2. Wymagania szczegółowe

Lp.	Wymagania	Dopuszczalna ilość składników w pyle wapiennym		Metody badań wg
		pył zwykły	pył wodoodporny	
1	2	3	4	5
1	Stopień rozdrobnienia pyłu, % a) przesiew przez sito tkane o oczkach kwadratowych 1,0 mm b) przesiew przez sito tkane o oczkach kwadratowych 0,075 mm, nie mniej niż	całkowity 50	całkowity 50	5.6.1
2	Lotność pyłu a) po 7 dniach składowania wilgotnego, co najmniej b) po 21 dniach składowania wilgotnego, co najmniej	dobra	dobra	5.6.2
3	Wodoodporność pyłu	dobra	dobra	5.6.4
4	Zawartość $Fe_2O_3 + Al_2O_3$, %, najwyżej	3,0	3,0	5.6.7
5	Zawartość $CaCO_3 + MgCO_3$, %, co najmniej	92,0	92,0	5.6.8.7, 5.6.9
6	Zawartość wolnej krzemionki, %, najwyżej	5,0	5,0	5.6.10
7	Zawartość składników trujących (związki As, Sb i Pb), %	—	—	5.6.11 5.6.12
8	Zawartość wolnych alkaliów, %	—	—	5.6.13
9	Zawartość części palnych, %, najwyżej	0,8	1,0	5.6.14
10	Zawartość stearyny, %	—	0,15÷0,30	5.6.15

3.3. Wymagania dodatkowe. Pył wapienny do hamowania wybuchów pyłu węglowego w kopalniach wymaga dopuszczenia do użytku w górnictwie przez Wyższy Urząd Górniczy, po uprzednim przebadaniu go przez Instytut Bezpieczeństwa Górniczego Kopalni Doświadczalnej „Barbara" w Mikołowie w zakresie wymaganym dla tego rodzaju pyłów.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Pył wapienny zwykły i wodoodporny należy pakować w worki papierowe WK3+1AS wg PN-70/P-79005. Masa worka z pyłem powinna wynosić 50 ±2 kg.

Na workach powinien być umieszczony trwały, wyraźny napis podający nazwę wytwórni, oznaczenie wg 2.2 oraz datę produkcji.

4.2. Przechowywanie. Pył wapienny zwykły i wodoodporny należy przechowywać w magazynach zabezpieczających go przed wpływami wilgoci.

4.3. Transport. Pył wapienny zwykły i wodoodporny należy przewozić wyłącznie krytymi środkami transportowymi, chroniącymi go przed dostępem wilgoci.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania niepełne

a) oznaczanie stopnia rozdrobnienia pyłu,
b) oznaczanie lotności pyłu,
c) oznaczanie wilgotności pyłu,
d) oznaczanie wodoodporności pyłu — próba wodna.

5.1.2. Badania pełne

a) badania wg 5.1.1,
b) oznaczanie odporności pyłu na wilgotne składowanie,
c) oznaczanie lotności pyłu na wilgotnym składowaniu,
d) oznaczanie zawartości tlenków wapniowego i magnezowego,
e) oznaczanie sumy zawartości tlenków żelazowego i glinowego,
f) oznaczanie zawartości złoża i wolnej krzemionki,
g) oznaczanie jakościowe arsenu i antymonu,
h) oznaczanie jakościowe ołowiu,
i) oznaczanie zawartości wolnych alkaliów,
j) oznaczanie zawartości węglanów,
k) oznaczanie zawartości części palnych,
l) oznaczanie zawartości stearyny.

5.2. Wybór rodzaju badania. Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej dziennej partii produkcji pyłu. Badania pełne należy przeprowadzić raz w miesiącu, oraz każdorazowo na żądanie odbiorcy.

5.3. Miejsce przeprowadzenia badań. Badania wymienione w 5.1.1 przeprowadza producent pyłu, pozostałe — upoważniony zakład badawczy.

5.4. **Liczność partii.** Partia nie powinna przekraczać 36 t (720 worków) pyłu jednego rodzaju.

5.5. **Pobieranie próbek**

5.5.1. **Pobieranie i przygotowanie próbek.** Z każdej partii należy pobrać próbki pierwotne z 10% dowolnie wybranych worków, nie mniej jednak niż z 5 worków w przypadku mniejszej dostawy.

Próbki należy pobierać możliwie w równych ilościach z każdego przeznaczonego do pobierania worka rurą zgłębnikową sięgając do dna worka. Próbki połączyć razem, starannie wymierzać i usypać w stożek na gładkiej stronie odpowiedniej wielkości arkusza papieru. Stożek spłaszczyć do warstwy o grubości około 10 mm i z różnych miejsc pobrać szufelką 20÷30 porcji, aż do otrzymania próbki laboratoryjnej o masie około 4 kg. Próbkę laboratoryjną wymieszać na arkuszu papieru przez uchwycenie przeciwległych rogów arkusza i kilkunastokrotne przesypywanie pyłu na krzyż, a następnie podzielić na pół i przesypać do 2 suchych słoi szklanych, z doszlifowanymi korkami. Na każdym słoju należy umieścić nalepkę z napisem nazwy wyrobu, daty dostawy, wielkości dostawy oraz miejsca i daty pobrania próbki. Pierwszy słój służy do badań, drugi pozostawia się do ewentualnej analizy rozjemczej.

5.5.2. **Pobieranie próbek do badań z próbki laboratoryjnej.** Próbki pyłu do badań chemicznych należy pobierać wprost ze słoja zawierającego próbkę przygotowaną wg 5.5.1. Słój z pyłem należy obracać i wstrząsać w ciągu 2 min, a następnie szybko otworzyć i pobrać łopatką wymaganą ilość pyłu do poszczególnych oznaczań.

5.5.3. **Przygotowanie próbki powietrzno-suchej.** Ze słoja zawierającego próbkę laboratoryjną należy pobrać około 1,5 kg pyłu, wysypać na tacę cynkową o wymiarach 450×300 mm i spłaszczyć do warstwy o grubości około 20 mm. Następnie próbkę suszyć w temperaturze 25°C, mieszając w czasie suszenia 3÷4 razy łopatką, w możliwie równych odstępach czasu. Suszenie prowadzić przez około 24 godz, aż ważona co 4 godz próbka nie wykaże większych zmian wilgoci niż 0,2% masy próbki. Po wysuszeniu przenieść próbkę do suchego słoja.

5.6. **Opis badań**

5.6.1. **Oznaczanie stopnia rozdrobnienia pyłu**

5.6.1.1. **Zasada metody** polega na rozdzieleniu pyłu przez przesianie na 2 frakcje.

5.6.1.2. **Przyrządy.** Sita tkane o średnicach oczek: 1,0 i 0,075 mm.

5.6.1.3. **Wykonanie oznaczania.** Na szkiełku zegarkowym o średnicy 150 mm odważyć na wądze laboratoryjnej technicznej z dokładnością do ±0,01 g 50 g wysuszonego wg 5.5.3 pyłu. Pył przenieść ilościowo na sito kontrolne o oczkach 1,0 mm. Przesiewanie wykonywać ręcznie obracając sito z szybkością 8 obr/min, uderzając przy tym lekko dłonią w oprawę przez około 3÷5 min. Podczas przesiewania sito powinno być przykryte pokrywą. Pył pozostający na sicie przenieść ilościowo na szkiełko zegarkowe i zważyć. Następnie na tym samym szkiełku zważyć przesiew, przenieść go na sito o oczkach 0,075 mm i przesiać analogicznie jak przez sito o średnicy oczek 1,0 mm, zważyć pozostałość pyłu na sicie oraz przesiew. Uzyskane wyniki podaje się w procentach.

Dla każdego przesiewu wykonuje się dwa równoległe oznaczania, które nie powinny różnić się między sobą więcej niż o 0,1 g.

5.6.1.4. Obliczenie wyników

a) Przesiew ziarn przez sito o wymiarach oczek poniżej 1,0 mm (Z_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Z_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \qquad (1)$$

w którym:

m_1 — masa przesiewu przez sito o średnicy oczek 1,0 mm, g,

m — odważka pyłu przed przesiewaniem, g.

b) Przesiew ziarn przez sito o wymiarach oczek poniżej 0,075 mm (Z_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Z_2 = \frac{m_2}{m} \cdot 100 \qquad (2)$$

w którym:

m_2 — masa przesiewu przez sito o średnicy oczek 0,075 mm, g,

m — odważka pyłu przed przesiewaniem, g.

5.6.2. Oznaczanie lotności pyłu

5.6.2.1. Zasada metody polega na obserwacji obłoku pyłu porwanego podmuchem.

5.6.2.2. Przyrządy

a) Gruszka gumowa.

b) Naczynka z blachy cynkowej lub aluminiowej o boku 100 mm i wysokości 10 mm.

5.6.2.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę powietrzno-suchego pyłu wsypać luźno do kwadratowego naczyńka. Nadmiar pyłu usunąć, wyrównać drewnianą linijką powierzchnię pyłu równo z brzegami naczynka, uważając aby gęstość próbki nie uległa zmianie. Następnie za pomocą gruszki gumowej z zaworkiem zwrotnym, zaopatrzonej w dyszę z odcinka rurki szklanej o średnicy wewnętrznej 4 mm, wywołać podmuch kierując strumień powietrza równolegle do osi poziomej naczynka. Dyszę trzymać 2÷3 cm ponad krawędzią naczynka z pyłem. Próbę lotności przeprowadzać wywołując najpierw podmuch łagodny, stopniowo wzmacniając jego siłę i przez cały czas obserwując zachowanie się pyłu w chwili wzlotu i podczas unoszenia się w powietrzu. Zaobserwowaną lotność kwalifikować zgodnie z 1.2.2. Pyły na lotność bada się również po próbie odporności na składowanie wilgotne.

5.6.3. Oznaczanie wilgotności pyłu

5.6.3.1. Zasada metody polega na określeniu stopnia zawilgocenia pyłu.

5.6.3.2. Przyrządy. Naczynko wagowe.

5.6.3.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.5.3 odważyć 10 g pyłu do uprzednio wysuszonego naczynka wagowego, umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy. Następnie naczynko umieścić w eksykatorze do ostygnięcia i zważyć. Pierwsze ważenie kontrolne

należy wykonać po upływie 1 godz suszenia próbki w temperaturze 105°C.

Zawartość wilgoci w pyle powietrzno-suchym wyrażoną w procentach obliczyć według wzoru

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100 \qquad (3)$$

w którym:

m_1 — masa odważki pyłu przed suszeniem, g,

m_2 — masa odważki pyłu po wysuszeniu, g.

5.6.4. Oznaczanie wodoodporności pyłu — próba wodna

5.6.4.1. Zasada metody polega na określeniu wpływu wody na własności pyłu.

5.6.4.2. Przyrządy. Zlewka szklana o średnicy 8 cm.

5.6.4.3. Wykonanie oznaczania. Do zlewki napełnionej wodą należy wsypać około 2 g pyłu. Po 2 godz pył powinien utrzymywać się na powierzchni wody, bez jakiegokolwiek opadu.

5.6.5. Oznaczanie odporności pyłu na wilgotne składowanie

5.6.5.1. Zasada metody polega na określeniu procentowego przyrostu wilgoci w pyle, dla pyłu zwykłego po 7-dniowym składowaniu, dla pyłu wodoodpornego po 21-dniowym składowaniu oraz sprawdzeniu lotności pyłu.

5.6.5.2. Przyrządy. Naczynka z blachy cynkowej o wymiarach 50×70×70 mm.

5.6.5.3. Wykonanie oznaczania. Do naczynka z blachy cynkowej o wymiarach 50×70×70 mm, mającego szczelinę na wysokości 10 mm od dna, nasypać luźno pyłu pobranego z próbki laboratoryjnej nie zgarniając nadmiaru pyłu równo z brzegiem za pomocą linijki. Przed nasypaniem pyłu szczelinę zalepić taśmą izolacyjną lub plastrem. Następnie naczynko wstawić do eksykatora, zawierającego wodę i nałożyć na eksykator pokrywę. Eksykator umieścić w pomieszczeniu o temperaturze 20÷22°C na okres 7 do 21 dni. Po tym okresie naczynko wyjąć z eksykatora, odlepić taśmę i do szczeliny włożyć zasuwkę, rozdzielając w ten sposób pył na dwie warstwy. Z warstwy górnej szybko odważyć 50 g pyłu na szkiełku zegarkowym i oznaczyć zawartość (W_2) wilgoci wg 5.6.3. Pozostały pył z tej warstwy służy do oznaczenia wg 5.6.2 po składowaniu wilgotnym. Po usunięciu zasuwki pobrać z warstwy dolnej około 50 g pyłu i wg 5.6.3 oznaczyć zawartość wilgoci (W_2). Przyrost zawartości wilgoci po składowaniu wilgotnym (W) w procentach obliczyć wg wzoru

$$W = W_2 - W_1 \qquad (4)$$

w którym:

W_2 — zawartość wilgoci po składowaniu wilgotnym, %,

W_1 — zawartość wilgoci przed składowaniem wilgotnym, %.

Procentowy przyrost wilgoci oblicza się oddzielnie dla warstwy dolnej i górnej.

5.6.6. Oznaczanie lotności pyłu po wilgotnym składowaniu należy wykonać wg 5.6.2.

5.6.7. Oznaczanie zawartości sumy tlenków żelazowego i glinowego

5.6.7.1. Zasada metody polega na wytrąceniu żelaza i glinu amoniakiem z przesączu po oddzieleniu złoża i oznaczeniu ich w postaci tlenków.

5.6.7.2. Odczynniki

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.
b) Nadtlenek wodoru (30%) cz.d.a. (perhydrol).
c) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
d) Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
e) Azotan amonowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
f) Oranż metylowy roztwór alkoholowy 5-procentowy.

5.6.7.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.5.3 należy pobrać do naczynka wagowego 150 g pyłu, wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy, a następnie odważyć 0,5 kg pozostawiając resztę szczelnie zamkniętą w eksykatorze do następnych badań. Odważkę przenieść do zlewki pojemności 600 ml i po zadaniu 30 ml kwasu solnego wg 5.6.7.2a) ogrzewać w ciągu około 2 godz do całkowitego rozłożenia węglanów. Następnie zawartość zlewki przesączyć przez sączek, na którym pozostaje złoże nierozpuszczalne w kwasie solnym. Złoże przemyć gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki. Otrzymany przesącz zalać paroma kroplami perhydrolu wg 5.6.7.2b), po czym roztwór odparować do objętości około 200 ml. Następnie dodać 10 ml chlorku amonowego wg 5.6.7.2a) oraz amoniaku wg 5.6.7.2c) wobec oranżu metylowego wg 5.6.7.2f). Strącone wodorotlenki po odstaniu odsączyć i przemyć na sączku gorącą wodą destylowaną z dodatkiem azotanu amonowego wg 5.6.7.2e), aż do zaniku reakcji na chlorki. Przesącz pozostawić do oznaczania wapnia i magnezu, a sączek zawierający wodorotlenki umieścić w wyprażonym tyglu, wysuszyć, spalić i wyprażyć do stałej masy w temperaturze 1000°C. Tygiel wstawić do eksykatora i po ostygnięciu zważyć.

5.6.7.4. Obliczanie wyników. Zawartość tlenków żelazowego i glinowego obliczyć w procentach według wzoru

$$R_2O_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \cdot 100 \qquad (5)$$

w którym:

m_2 — masa tygla z tlenkiem, g,
m_3 — masa tygla, g,
m_1 — odważka pyłu, g.

5.6.8. Oznaczanie zawartości tlenków wapniowego i magnezowego

5.6.8.1. Zasada metody oznaczania tlenku wapniowego polega na zmiareczkowaniu jonu wapniowego wobec kalcesu mianowanym roztworem wersenianu dwusodowego, który nie zawiera chlorku magnezowego (roztwór I).

5.6.8.2. Zasada metody oznaczania tlenku magnezowego polega na zmiareczkowaniu sumy jonów wapniowego i magnezowego wobec czerni eriochromowej T, mianowanym roztworem wersenianu dwusodowego, zawierającym chlorek magnezowy (roztwór II) i obliczeniu tlenku magnezowego z różnicy oznaczeń.

5.6.8.3. **Odczynniki**

a) Wersenian dwusodowy roztwór 0,05 N, roztwór I: 186,05 g wersenianu dwusodowego rozpuścić w 1 l wody (1 cm^3 tego roztworu odpowiada 0,002804 g CaO).

b) Wersenian dwusodowy roztwór 0,05 N, roztwór II: 187 g wersenianu dwusodowego i 1 g chlorku magnezowego rozpuścić w 1 l wody.

c) Roztwór wzorcowy tlenku wapniowego zawierający 0,001 CaO w 1 ml wody: 1,7848 g węglanu wapniowego cz.d.a. rozpuścić w 50 ml 1 N roztworu HCl, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić do kreski.

d) Bufor alkaliczny 1 N, roztwór KOH: 112 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w 500 ml wody.

e) Bufor amonowy: 67,5 g chlorku amonowego rozpuścić w niewielkiej ilości wody, dodać 570 ml 25-procentowej wody amoniakalnej i dopełnić do 1 l.

f) Kalces: 1 g kalcesu wymieszać ze 100 g chlorku sodowego wolnego od Ca i Mg.

g) Czerń eriochromowa (T): 1 g czerni eriochromowej wymieszać ze 100 g chlorku sodowego wolnego od Ca i Mg.

5.6.8.4. **Ustalenie miana wersenianu dwusodowego**

a) Roztwór I. Pobrać pipetą 50 ml roztworu wzorcowego tlenku wapniowego wg 5.6.8.3c) do kolby stożkowej pojemności 500 ml, 100 ml wody i 10 ml buforu alkalicznego wg 5.6.8.3d) w celu uzyskania pH 11,8÷12,0. Następnie dodać szczyptę kalcesu wg 5.6.8.3f) do wyraźnego różowego zabarwienia i zmiareczkować roztworem I wersenianu dwusodowego wg 5.6.8.3d) do zmiany barwy na niebieską.

Miano roztworu I wersenianu dwusodowego (M_1) obliczyć wg wzoru

$$M_1 = \frac{0,05}{V_1} \tag{6}$$

w którym:

0,05 — ilość CaO zawarta w 50 ml roztworu wzorcowego, g,

V_1 — objętość roztworu I wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml.

b) Roztwór II. Pipetą pobrać 50 ml roztworu wzorcowego tlenku wapniowego wg 5.6.8.3c) do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 50 ml wody i 10 ml buforu amonowego wg 5.6.8.3e) w celu uzyskania pH 9,9÷10,0. Następnie dodać szczyptę czerni eriochromowej (T) wg 5.6.8.3g) do wyraźnego czerwonego zabarwienia i zmiareczkować roztworem II wersenianu dwusodowego wg 5.6.8.3b) do zmiany barwy na niebieską.

Miano roztworu II wersenianu dwusodowego (M_2) obliczyć wg wzoru

$$M_2 = \frac{0,05}{V_2} \tag{7}$$

w którym:

0,05 — ilość CaO zawarta w 50 ml roztworu wzorcowego, g,

V_2 — objętość roztworu II wersenianu dwusodowego, zużytego do miareczkowania, ml.

5.6.8.5. **Przygotowanie roztworu.** Przesącz po oddzieleniu wodorotlenków glinowego i magnezowego wg 5.6.7.3 zakwasić i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

5.6.8.6. **Wykonanie oznaczania tlenku wapniowego.** Z kolby pomiarowej pobrać pipetą 100 ml roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 20 ml buforu alkalicznego wg 5.6.8.3d) w celu osiągnięcia pH w granicach 11,9÷12,0, dodać szczyptę kalcesu wg 5.6.8.3f) do wyraźnego różowego zabarwienia i miareczkować 0,05 roztworem wersenianu dwusodowego (roztwór I) wg 5.6.8.3c) do zmiany barwy na niebieską.

Zawartość tlenku wapniowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot M_1 \cdot 5}{m} \cdot 100 \qquad (8)$$

w którym:

V_1 — objętość 0,05 roztworu I wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

M_1 — ilość CaO przypadająca na 1 ml 0,05 N roztworu I wersenianu dwusodowego, g, (M_1 — miano roztworu I),

m — odważka próbki pyłu, g.

5.6.8.7. **Oznaczanie sumy tlenków wapniowego i magnezowego w przeliczeniu na CaO.** Z kolby pomiarowej pobrać pipetą 100 ml roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 30 ml buforu amonowego wg 5.6.8.3e) w celu uzyskania pH w granicach 9,9÷10,0 dodać szczyptę czerni eriochromowej (T) wg 5.6.8.3g) do wyraźnego czerwonego zabarwienia i miareczkować 0,05 N roztworem wersenianu dwusodowego (roztwór II) wg 5.6.8.3b) do zmiany barwy na niebieską.

Zawartość sumy tlenków wapniowego i magnezowego w przeliczeniu na CaO (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot M_2 \cdot 5}{m} \cdot 100 \qquad (9)$$

w którym:

V_2 — objętość 0,05 roztworu II wersenianu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

M_2 — ilość CaO przypadająca na 1 ml 0,05 M roztworu II wersenianu dwusodowego (miano roztworu II),

m — odważka próbki pyłu, g.

Zawartość tlenku magnezowego (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = (X_2 - X_1) - 0{,}71897 \qquad (10)$$

w którym:

X_2 — zawartość sumy tlenków wapniowego i magnezowego w przeliczeniu na tlenek wapniowy, %,

X_1 — zawartość tlenku wapniowego, %,

0,71897 — współczynnik przeliczeniowy z CaO na MgO.

5.6.9. Oznaczanie węglanów

5.6.9.1. Zasada metody polega na rozkładzie węglanów zawartych w pyle wapiennym kwasem ortofosforowym i oznaczaniu ilości wydzielonego dwutlenku węgla.

5.6.9.2. Aparatura przedstawiona schematycznie na rys. 1.

5.6.9.3. Odczynniki

a) Kwas siarkowy (1.84) cz.d.a.
b) Kwas ortofosforowy (1.30) cz.d.a.
c) Siarczan miedziowy bezwodny cz.d.a.
d) Wapno sodowane cz.d.a.
e) Chlorek wapniowy (wysuszony w temperaturze 190°C).

5.6.9.4. Wykonanie oznaczenia. W U-rurce *(8)* umieścić bezwodny siarczan miedziowy przekładając co 1 cm warstwy watą szklaną. W U-rurce *(9)* układać na przemian 1 cm warstwy chlorku wapniowego wg 5.6.9.3e) i sodowanego wapna wg 5.6.9.3d) przedzielając watą szklaną. Pozostałe rurki wypełnić zgodnie z przeznaczeniem. Po sprawdzeniu szczelności aparatury za pomocą ślepej próby, odważyć na wadze analitycznej 0,5 g pyłu wapiennego przygotowanego wg 5.6.7.3 i przenieść do kolby *(4)*. Pył zwilżyć 100 ml przegotowanej wody destylowanej, po czym przez aparaturę przepuszczać w ciągu 15 min strumień powietrza. Przepływ powietrza powinien wynosić 20÷30 ml/min (szybkość przechodzenia pęcherzyków przez płuczkę *(1)* napełnioną kwasem siarkowym wg 5.6.9.3a). Po 15 min przerwać przepływ powietrza, zamknąć U-rurkę *(9)* i odłączyć ją. Odciąć kranikiem połączenie końcowe U-rurki *(8)* i zamknąć kraniki U-rurki *(10)*. U-rurkę *(9)* zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,02 g. Następnie U-rurkę *(9)* podłączyć do aparatury, otworzyć kranik i uruchomić przepływ powietrza. Z wkraplacza *(5)* wlać do kolby *(4)* porcjami 50 ml kwasu ortofosforowego wg 5.6.9.3b) i zagrzać zawartość kolby *(4)* do temperatury wrzenia. Po 10 min odstawić palnik i przepuszczać dalej powietrze w ciągu 20÷30 min. U-rurkę *(9)* odsączyć, zamknąć ją i zważyć jak poprzednio. Przed samym odważeniem należy na chwilę otworzyć kranik U-rurki.

Zawartość dwutlenku węgla w przeliczeniu na 1 g pyłu wapiennego obliczyć w procentach wg wzoru

$$CO_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \qquad (11)$$

w którym:

m_2 — masa U-rurki (7) po oznaczaniu, g,
m_1 — masa U-rurki (7) przed oznaczaniem, g,
m — odważka pyłu, w g.

Zawartość tlenków wapnia i magnezu w przeliczeniu na węglany obliczyć w procentach wg wzorów

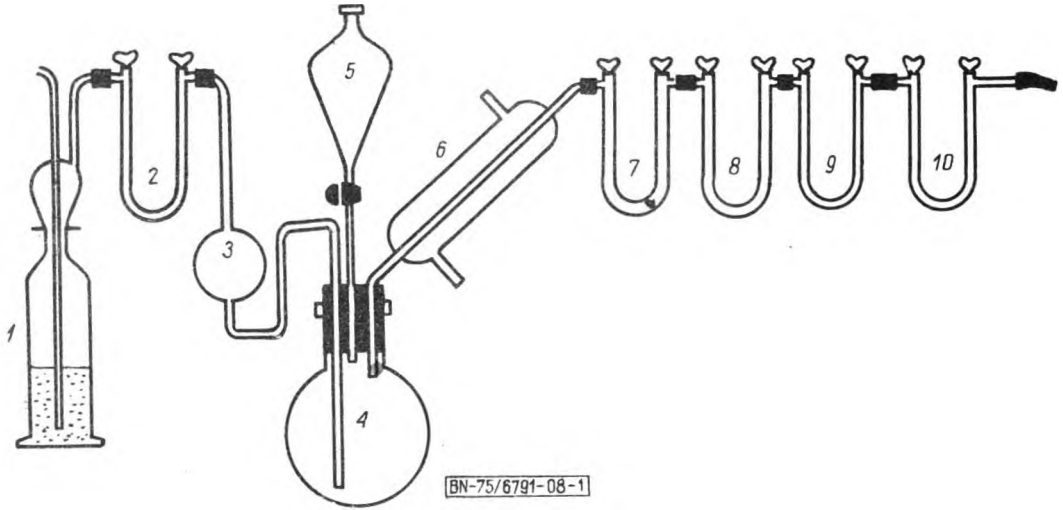
$$MgCO_3 = X_3 \cdot 2{,}092 \qquad (12)$$

$$CaCO_3 = (X_4 \cdot X_5) \cdot 2{,}274 \qquad (13)$$

w których:

$X_3 = MgO$
$X_4 = CO_2$
$X_5 = CO_2$ związane z $MgCO_3 - X_3$

2,092 —
2,274 — } współczynniki przeliczeniowe



Rys. 1

1 — płuczka ze stężonym H_2SO_4, *2* — U-rurka z wapnem sodowanym, *3* — zbiorniczek wyrównawczy, *4* — kolba kulista pojemności 250 ml, *5* — wkraplacz, *6* — chłodnica, *7* — U-rurka z chlorkiem wapniowym, *8* — U-rurka z bezwodnym siarczanem miedziowym, *9* — U-rurka z wapnem sodowanym i chlorkiem wapniowym, *10* — U-rurka z chlorkiem wapniowym.

5.6.10. Oznaczanie złoża i wolnej krzemionki

5.6.10.1. Zasada metody polega na wydzieleniu wolnej krzemionki przez traktowanie złoża kwasem ortofosforowym.

5.6.10.2. Odczynniki

a) Kwas ortofosforowy (1.70) cz.d.a.
b) Kwas siarkowy (1.83) cz.d.a.
c) Kwas solny, cz.d.a. (roztwór 1+1 i 4%).
d) Amoniak cz.d.a.
e) Chlorek barowy, cz.d.a., 2 N,
f) Azotan srebrowy, cz.d.a., 0,1 N.
g) Kwas fluorowodorowy, cz.d.a., 40%.

5.6.10.3. Przygotowanie odczynników. Przygotowanie kwasu pirofosforowego odbywa się przez odwodnienie handlowego kwasu ortofosforowego wg 5.6.10.2a) w parowniczce platynowej lub kwarcowej pojemności 200 ml. Kwas ortofosforowy należy nalać do parowniczki i przykryć ją szkiełkiem zegarkowym z otworem w środku na termometr zabezpieczony rurką kwarcową zatopioną u dołu. Zawartość parowniczki podgrzewać stopniowo do 250°C i pozostawić w tej temperaturze, aż przestaną wydzielać się pęcherzyki pary.

5.6.10.4. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej w 5.6.7.3 odważyć na wadze analitycznej 10 g pyłu wysuszonego w temperaturze 105°C, po czym w zlewce pojemności 600 ml zalać powoli kwasem solnym wg 5.6.10.2c) i ogrzewać do całkowitego rozłożenia węglanów. Następnie zawartość zlewki przesączyć i pozostały na sączku osad przepłukać gorącą wodą destylowaną, aż do zaniku reakcji na jon chlorowy (próba z azotanem srebra). Osad na sączku wysuszyć w temperaturze 105°C, sączek spalić i wyprażyć w 1000°C w tyglu porcelanowym wyprażonym uprzednio do stałej wagi. Tygiel z pozostałością zważyć na wadze analitycznej. Otrzymany wynik przedstawia nierozpuszczalne w kwasie solnym złoże.

Zawartość złoża nierozpuszczalnego w kwasie solnym (Z) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Z = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100 \qquad (14)$$

w którym:

m_2 — masa nierozpuszczanego złoża, g,
m_1 — odważka pyłu, g.

Następnie nierozpuszczone złoże rozetrzeć w moździerzyku agatowym i przesiać przez sito o oczkach kwadratowych 0,075 mm. Z przesiewu odważyć 0,3 g i zadać w tyglu platynowym lub kwarcowym 15 ml kwasu pirofosforowego. Tygiel przykryć szkiełkiem zegarkowym z otworem na termometr w kwarcowej oprawce. Następnie umieścić go na łaźni piaskowej ogrzanej do temperatury około 250°C. Gdy temperatura zawartości tygla osiągnie 250°C, ogrzewanie prowadzić nadal w ciągu 10 min, po czym tygiel odstawić

do ostygnięcia. Następnie zawartość tygla spłukać do zlewki i dopełnić wodą destylowaną do 200 ml. Roztwór przesączyć przez sączek pokryty warstwą miazgi sączkowej. Osad na sączku przemyć gorącym, 4-procentowym kwasem solnym wg 5.6.10.2b) do zaniku reakcji na fosforany, których obecność w przesączku sprawdza się przez zobojętnienie 2 N amoniakiem wg 5.6.10.2d) i zadanie chlorkiem barowym wg 5.6.10.2e). Zmętnienie świadczy o obecności fosforanów. Sączek z przemytym osadem umieścić w tyglu platynowym i wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałej masy. Czystość osadu sprawdzić przez odpędzenie SiO_2 w postaci SiF_4. W tym celu osad zwilżyć kilkoma kroplami wody i zadać 2÷3 ml kwasu fluorowodorowego wg 5.6.10.2g) i ostrożnie odparować. Czynność tę powtarzać 2÷3-krotnie. Następnie dodać kroplę stężonego kwasu siarkowego wg 5.6.10.2b), odparować kwas i pozostałość wyprażyć. Rozkład uważa się za całkowity, jeżeli pozostałość po odpędzeniu SiF_4 nie przekracza 1÷2 mg. W przeciwnym razie należy powtórzyć oznaczanie.

Zawartość wolnej krzemionki w pyle wapiennym SiO_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$SiO_2 = \frac{m_4 \cdot m_2}{m_3 \cdot m_1} \cdot 100 \qquad (15)$$

w którym:

m_4 — masa wolnej krzemionki, g,
m_2 — masa nierozpuszczonego złoża, g,
m_3 — odważka złoża, g,
m_1 — odważka pyłu, g.

5.6.11. Oznaczanie jakościowe arsenu i antymonu

5.6.11.1. Zasada metody. Arsen i antymon oznacza się próbą Gutzeita przez zredukowanie związków arsenu i antymonu na arsenowodór i antymonowodór.

5.6.11.2. Odczynniki

a) Kwas solny (roztwór 1 : 1 i 2 N).
b) Cynk metaliczny.
c) Chlorek lub bromek rtęci.

5.6.11.3. Wykonanie oznaczania. Próbkę 1÷2 g pyłu przygotowaną wg 5.6.7.3 zadać w zlewce pojemności 150 ml kwasem solnym 1 : 1 i podgrzać do rozłożenia węglanów. Zawartość zlewki przenieść do probówki, wrzucić parę kawałków cynku wg 5.6.11.2b) i dodać 20 ml kwasu solnego 2 N wg 5.6.11.2a). Następnie włożyć do probówki watę nasyconą octanem ołowiu. U wylotu probówki przyłożyć bibułę nasyconą roztworem chlorku lub bromku rtęci wg 5.6.11.2c). W razie obecności arsenu lub antymonu pojawia się na bibule ciemna plama.

5.6.12. Oznaczanie jakościowe ołowiu

5.6.12.1. Zasada metody polega na wydzielaniu ołowiu w postaci jodku ołowiowego.

5.6.12.2. Odczynniki

a) Jodek potasowy, cz.d.a., 2 N.

b) Kwas octowy stężony, cz.d.a.

5.6.12.3. Wykonanie oznaczania. Do probówki wsypać około 0,5 g próbki pyłu przygotowanego wg 5.6.7.3, zakwasić kilkoma kroplami stężonego kwasu octowego wg 5.6.12.2b) i zadać roztworem 2 N jodku potasowego wg 5.6.12.2a). Zawartość probówki gotować w ciągu kilku minut i odsączyć do drugiej probówki.

W przypadku obecności ołowiu z przesączu wytrącają się po ostudzeniu żółtozłociste kryształki jodku ołowiowego.

5.6.13. Oznaczanie wolnych alkaliów

5.6.13.1. Zasada metody polega na oznaczeniu alkaliów na drodze miareczkowania.

5.6.13.2. Odczynniki

a) Kwas solny cz.d.a., 0,1 N.

b) Fenoloftaleina.

5.6.13.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki pyłu przygotowanej wg 5.6.7.3 odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do 0,2 mg 20 g i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml. Kolbę dopełnić wodą destylowaną do kreski i wytrząsać w ciągu 1 godz. Z roztworu odpipetować 100 ml i dodać 5 kropli fenoloftaleiny wg 5.6.13.2b), po czym miareczkować 0,1 N kwasem solnym wg 5.6.13.2a) do ustalenia się zabarwienia roztworu na lekko różowo. Intensywność zabarwienia porównywać z barwą otrzymaną przy użyciu chemicznie czystego węglanu wapnia. Zużycie 0,1 N kwasu solnego w tym oznaczaniu nie może wynieść więcej niż 3 krople.

5.6.14. Oznaczanie części palnych

5.6.14.1. Zasada metody polega na spalaniu w tlenie części palnych zawartych w pyle i oznaczaniu ich ilości z przyrostu masy absorbentów.

5.6.14.2. Aparatura do spalań (rys. 2) składa się z gazomierza (*1*) lub butli z zaworem redukcyjnym na tlen, płuczki wieżowej (*2*) zawierającej u dołu stężony H_2SO_4 wypełnionej do połowy wysokości ułożonym na siatce wapnem sodowanym, a w górnej połowie chlorkiem wapniowym. Płuczka jest połączona z rurą do spalań ze szkła trudno topliwego lub kwarcu. Za rurą znajduje się zespół U-rurek.

5.6.14.3. Odczynniki

a) Kwas siarkowy (1.83) cz.d.a.

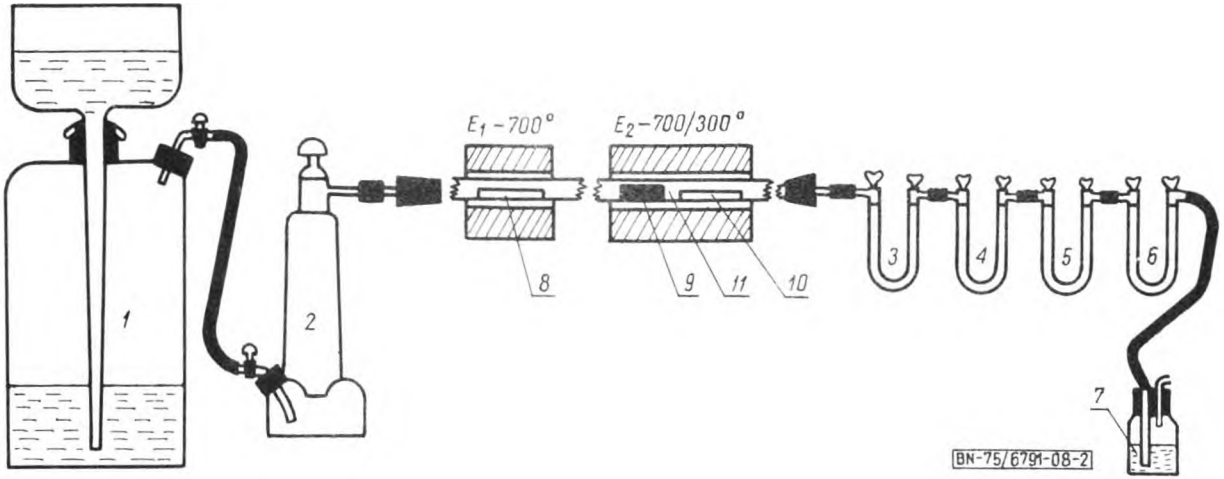
b) Chlorek wapniowy cz.d.a. wysuszony w temperaturze 190°C.

c) Wapno sodowane cz.d.a.

d) Dwutlenek ołowiowy cz.d.a.

e) Chlorek palladowy — roztwór 1-procentowy.

f) Tlen.



Rys. 2

1 — gazomierz, *2* — płuczka wieżowa, *3* — U-rurka wypełniona chlorkiem wapniowym i służy do absorpcji wody wydzielonej podczas spalania, *4* i *5* — U-rurki zawierające wapno sodowane, *6* — U-rurka z chlorkiem wapniowym, *7* — naczynko kontrolne z chlorkiem palladowym, który służy do wykrywania CO w wypadku nieprawidłowego spalania, *8* — rura ze szkła trudno topliwego, którą obejmują dwa przesuwalne elementy grzejne E_1 (700°C) i E_2 (700/300°C) lub trzy elementy E_1 (700°C) E_2 (700°C) i E_3 (300°C) zależnie od konstrukcji pieca, *9* i *10* — łódeczki porcelanowe, *11* — gwiazda platynowa.

5.6.14.4. Wykonanie oznaczania. Nierozpuszczalne w kwasie solnym złoże otrzymane wg 5.6.10 odważyć w ilości 0,5 g na wadze analitycznej w czystej i wyprażonej do stałej masy łódeczce porcelanowej (*8*), którą przechowuje się w eksykatorze. Następnie zważyć na wadze analitycznej obie U-rurki (*4* i *5*) z wapnem sodowanym wg 5.6.14.3c). Łódeczkę (*8*) z pyłem wprowadzić do rury do spalań znajdujących się od strony gazomierza z tlenem i nasunąć na nią element grzejny E_1. Ze strony przeciwnej umieścić w połowie długości rury gwiazdę platynową (*11*), a w odstępie 100 mm od gwiazdy łódeczkę (*10*) wypełnioną PbO_2 wg 5.6.14.3d). Na gwiazdę i łódeczkę (*10*) nasuwa się drugi element grzejny E_2. Następnie do zestawu włączyć dwie odważone U-rurki z wapnem sodowanym i wpuścić strumień tlenu. Tlen powinien przechodzić przez aparat z szybkością 20÷30 ml/min. Szybkość przechodzenia obserwuje się na pęcherzykach przechodzących przez stężony kwas siarkowy wg 5.6.14.3a) lub roztwór chlorku palladowego wg 5.6.14.3e). Po uregulowaniu szybkości gazu, włączyć opornikami obydwa elementy grzejne, tak aby w ciągu 30 min osiągnąć stopniowo wskazane temperatury. Od tego momentu prowadzić spalania w ciągu 2 godz. Następnie wyłączyć elementy grzejne i studzić piec przy ciągłym przepuszczaniu tlenu. Po ostudzeniu odłączyć obie U-rurki z wapnem sodowanym, zamknąć kranik i odważyć po 20 min przechowywania w pokoju wagowym.

Zawartość części palnych w przeliczeniu na węgiel X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{\frac{m_2}{12\ m_1} \cdot Z}{44} \cdot 1{,}2 \cdot 100 \qquad (16)$$

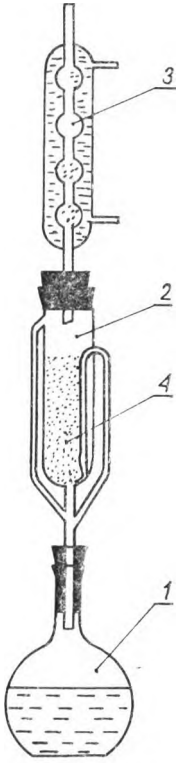
w którym:

m_2 — przyrost masy U-rurek z wapnem sodowanym, g,
m_1 — odważka nierozpuszczanego w kwasie solnym złoża, g,
12 — masa atomowa węgla,
Z — zawartość w pyle nierozpuszczalnego w kwasie solnym złoża, %,
44 — masa cząsteczkowa dwutlenku węgla,
1,2 — współczynnik dla przeliczenia węgla pierwiastkowego na węgiel naturalny.

5.6.15. Oznaczanie zawartości stearyny

5.6.15.1. Zasada metody polega na uwolnieniu części kwasu stearynowego związanego w postaci stearynianu wapnia i wyekstrahowaniu całej jego ilości eterem.

5.6.15.2. Aparatura. Aparat Soxhlete'a (rys. 3).



BN-75/6791-08-3

Rys. 3

1 — kolba z eterem zanurzona w gorącej wodzie, *2* — aparat ekstrakcyjny, *3* — chłodnica zwrotna, *4* — gilza z pyłem zawierającym stearynę.

5.6.15.3. Odczynniki

a) Kwas solny cz.d.a. roztwór 1 : 1.

b) Eter etylowy cz.d.a. o punkcie wrzenia 36°C.

5.6.15.4. Wykonanie oznaczania. Na wadze analitycznej odważyć 15 g pyłu przygotowanego wg 5.5.3 i przenieść ilościowo do zlewki pojemności 600 ml. Pył zadawać wolno kwasem solnym wg 5.6.15.3a) do chwili zakończenia burzliwej reakcji, po czym utrzymywać w temperaturze 50°C w ciągu około 15 min dla zapewnienia całkowitego rozkładu węglanów. Pod koniec ogrzewania roztwór rozcieńczyć 100 ml wody destylowanej i odstawić. Po opadnięciu i odstaniu się osadu należy zawartość zlewki przesączyć przez miękki sączek. Osad na sączku przemyć najpierw zimną wodą destylowaną zakwaszoną paroma kroplami kwasu solnego, a następnie wodą destylowaną, aż

do zaniku reakcji na chlorki. Tak przemyty osad wysuszyć, pozostawiając go na sączku do dnia następnego w temperaturze pokojowej. Następnie wraz z sączkiem zawinąć w podwójny sączek twardy i umieścić w gilzie prasowanej (3) z bibuły laboratoryjnej. Gilzę wprowadzić do aparatu Soxhlete'a i rozpocząć ekstrakcję zanurzając kolbę (1) z eterem wg 5.6.15.3b) w parownicy z wodą o temperaturze 60°C. Kolba powinna zawierać tyle eteru, aby z nadwyżką wypełnił on zbiorniczek (2) z gilzą zawierającą osad. Ekstrakcję należy przeprowadzać ostrożnie, utrzymując jednakową szybkość destylacji eteru. Przepływ wody w chłodnicy tak uregulować, aby eter nie ulatniał się. Ze względu na palność eteru należy na czas oznaczania usunąć z pomieszczenia wszelkie palniki oraz zachować ogólne przepisy bezpieczeństwa pracy z eterem. Po 5-krotnym obiegu eteru w aparacie przerwać ekstrakcję, roztwór stearyny przelać do uprzednio zważonej kolbki stożkowej i eter oddestylować przez chłodnicę do odbieralnika zanurzonego w wodzie lub lodzie. Kolbkę wraz z pozostałością wstawić na 1 godz do suszarki o temperaturze 60°C, a następnie do eksykatora i po ostygnięciu zważyć.

5.6.15.5. Obliczanie wyników. Zawartość stearyny w pyle *(S)* obliczyć w procentach wg wzoru

$$S = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100 \qquad (17)$$

w którym:

m_2 — masa kolbki ze stearyną, g,
m_1 — masa kolbki, g,
m — odważka, g.

5.7. Ocena wyników badań. Partię badanego pyłu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania są zgodne z wymaganiami rozdz. 3. W przypadku gdyby któreś z badań dało wynik niezgodny z wymaganiami normy, całą partię pyłu należy uznać za niezgodną z normą.

5.8. Protokół z przeprowadzenia badań powinien zawierać krótki opis badanego pyłu oraz liczbowe wyniki badań.

5.9. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii pyłu uznanej za zgodną z wymaganiami normy producent zobowiązany jest wystawić zaświadczenie zawierające następujące dane:

a) datę wystawienia zaświadczenia,
b) nazwę i adres zakładu produkcyjnego,
c) rodzaj pyłu,
d) datę produkcji,
e) wyniki badań,
f) podpisy osób obecnych przy przeprowadzaniu badań.

6. POSTĘPOWANIE Z PARTIĄ UZNANĄ ZA NIEZGODNĄ Z WYMAGANIAMI NORMY

Partia pyłu zwykłego uznana za niezgodną z wymaganiami normy w wyniku badań kontrolnych może być przez zakład produkcyjny sprzedana dla rolnictwa.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Budownictwa Węglowego, Katowice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6791-08

a) w miejsce pyłu stearynowego wprowadzono pojęcie pyłu wodoodpornego ze względu na możliwość dopuszczenia innego środka hydrofobizującego,

b) wprowadzono nową metodę oznaczania tlenku magnezowego przy zastosowaniu wersenianu dwusodowego,

c) podano wzór świadectwa jakości.

3. Normy zwiazane

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

4. Autorzy projektu normy — mgr inż. Zbigniew Bachleda, mgr inż. Irena Hofman, mgr inż. Stanisław Bąk, mgr inż. Grażyna Hadyk.