

PRODUKTY CHEMICZNE NIEORGANICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-82 6720-03
	Wypełniacze do wyrobów lakierowych	
	Metody badań	Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań wypełniaczy stosowanych do produkcji wyrobów lakierowych.

1.2. Rodzaje metod badań

- oznaczanie rozkładu wielkości ziarn — analiza sedymentacyjna metodą pipetową,
- oznaczanie pozostałości na sicie,
- oznaczanie białości,
- oznaczanie liczby olejowej,
- oznaczanie wilgotności,
- oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie pH zawiesiny wodnej,
- oznaczanie strat po prażeniu,
- oznaczanie zawartości głównego składnika ¹⁾.

1.3. Określenia

1.3.1. frakcja ziarnowa — zbiór ziarn o określonym zakresie rozmiarów średnic zastępczych.

1.3.2. średnica zastępcza ziarna — średnica kuli, która ma tę samą gęstość i opada w cieczy z tą samą prędkością co dane ziarno.

1.3.3. frakcja jednostronnie ograniczona — frakcja nie większa od określonej wielkości średnicy zastępczej.

1.3.4. frakcja dwustronnie ograniczona — frakcja nie większa od określonej wielkości średnicy zastępczej i nie mniejsza od określonej wielkości średnicy zastępczej.

2. METODY BADAŃ

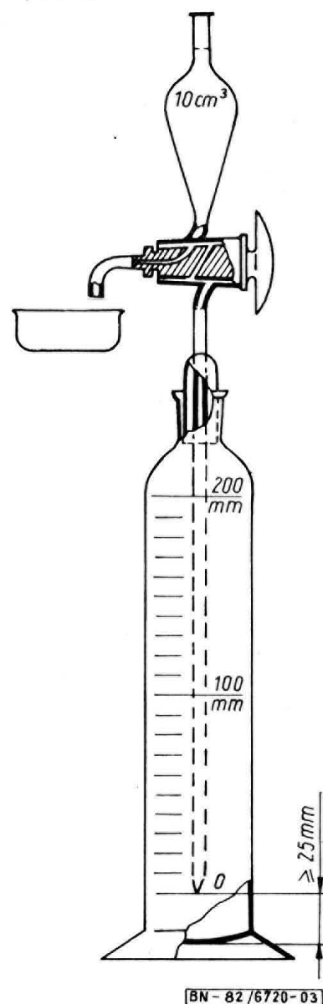
2.1. Oznaczanie rozkładu wielkości ziarn — analiza sedymentacyjna metodą pipetową

2.1.1. Zasada oznaczania. Analiza sedymentacyjna wykorzystuje zjawisko opadania ruchem jednostajnym, zdyspergowanych w cieczach ziarn materiałów sypkich. Pomiar stężenia zawiesiny po określonym czasie opadania i w określonej odległości od lustra cieczy dyspergującej pozwala określić skład ziarnowy badanej sub-

stancji. Metodę tę można stosować do oznaczania wielkości ziarn w zakresie od 2 do 60 μm .

2.1.2. Aparatura

- Cylinder sedymentacyjny ze szkła laboratoryjnego o średnicy wewnętrznej nie mniejszej niż 56 mm, wyposażony w skalę od 0 do 200 mm, przy czym poziom zerowy znajduje się w odległości nie mniejszej niż 25 mm od dna naczynia. Objętość cylindra od dna do poziomu 200 mm na skali cylindra wynosi $550 \pm 620 \text{ cm}^3$ (rysunek).



BN-82/6720-03

Cylinder sedymentacyjny z pipetą

¹⁾ Nie dotyczy kaolinu i talku

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Tworzyw i Farb
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 10 września 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1983 poz. 4)

b) Pipeta wyposażona w rurkę kapilarną i kurek dwudrożny z boczną rurką do zlewania, umożliwiający opróżnienie pipety bez wyjmowania jej z cylindra. Objętość pipety od szlif do znaku na górnym przewężeniu powinna wynosić 10 cm³. Do pipety przytopiony jest korek ze szlifem zamykający cylinder sedymentacyjny. Zwężone zakończenie pipety musi znajdować się na linii zerowej cylindra sedymentacyjnego. Średnica rurki kapilarnej wynosi na jej końcu 1 ÷ 1,3 mm, a powyżej przewężenia kapilary 4 ÷ 4,5 mm.

c) Termostat o zakresie temperatur 15 ÷ 30 °C z dokładnością do 0,5 °C, w którym cylinder sedymentacyjny zanurzony jest do poziomu 200 mm na jego skali.

d) Mechaniczne mieszadło (1000 ± 100 obr/min) lub mechaniczna wytrząsarka umożliwiająca uzyskanie całkowitej dyspersji.

e) Naczynie do dyspergowania o odpowiednich wymiarach np. pojemniki szklane pojemności 1000 cm³.

f) Naczynia wagowe pojemności 20 cm³ i masie nie większej niż 20 g.

g) Sekundomierz.

2.1.3. Cechowanie cylindra sedymentacyjnego. Cylinder sedymentacyjny wg 2.1.2 a) po umyciu i wysuszeniu zważyć razem z pipetą wg 2.1.2 b) z dokładnością do 0,1 g. Ustawić kurek dwudrożny w takiej pozycji, aby rurka kapilarna była połączona z pipetą i napełnić go wodą destylowaną nieznacznie poniżej kreski oznaczającej poziom 200 mm na skali cylindra. Tak przygotowany cylinder z pipetą umieścić w termostacie wg 2.1.2c). Po wyrównaniu się temperatury z temperaturą otoczenia dopełnić cylinder wodą destylowaną dokładnie do górnego poziomu, po czym ponownie zważyć. Operację wykonać trzykrotnie w tej samej temperaturze.

Wewnętrzną objętość cylindra (V_c) obliczyć w cm³ wg wzoru

$$V_c = \frac{m_w}{d} \quad (1)$$

w którym:

m_w — masa wody zawartej w cylindrze (średnia arytmetyczna trzech pomiarów), g,

d — gęstość wody w temperaturze pomiaru, g/cm³.

2.1.4. Cechowanie pipety. Pipetę wg 2.1.2b), po umyciu i wysuszeniu, umieścić w cylindrze sedymentacyjnym. Cylinder napełnić wodą destylowaną wg 2.1.3. Kurek ustawić w pozycji „do pobierania” i wężyk gumowy napełnić pipetę wodą z cylindra do wysokości kreski zaznaczonej na pipecie. Obrócić kurek do pozycji zamykającej i wodę z pipety spuścić do zważonego uprzednio naczynia wagowego wg 2.1.2f). Naczynie wagowe z wodą zważyć z dokładnością do 0,001 g. Operację wykonać trzykrotnie w tej samej temperaturze.

Wewnętrzną objętość pipety (V_p) obliczyć w cm³ wg wzoru

$$V_p = \frac{m_p}{d} \quad (2)$$

w którym:

m_p — masa wody zawartej w pipecie (średnia arytmetyczna trzech pomiarów), g,

d — gęstość wody w temperaturze pomiaru, g/cm³.

2.1.5. Wyznaczenie słupa cieczy w cylindrze sedymentacyjnym (S_n) po pobraniu kolejnych porcji cieczy. Cylinder sedymentacyjny napełnić wodą destylowaną wg 2.1.3. Następnie napełnić pipetę pierwszą porcją wody destylowanej wg 2.1.4 i odczytać na skali cylindra wysokość słupa wody. Czynność powtórzyć kilkakrotnie wyznaczając w ten sposób wysokość słupa wody w cylindrze sedymentacyjnym po odebraniu pipetą kolejnych porcji wody. Wyniki należy zanotować. Wyznaczone wysokości słupa wody odpowiadają drodze opadania ziarn, gdy cylinder będzie zawierał dyspersję, przy czym dla pierwszej porcji droga ta wynosi 200 mm.

2.1.6. Wykonanie oznaczania

2.1.6.1. Przygotowanie dyspersji. Stosując ilości wypełniacza odważonego z dokładnością do 0,0002 g i dyspergatora wg tabl. 1, sporządzić dyspersję przez mieszanie badanej próbki w naczyniu do dyspergowania wg 2.1.2e), z roztworem dyspergatora w takiej ilości, aby otrzymać całkowitą objętość około 500 cm³. Całość mieszać lub wytrząsać przez 15 min przy użyciu aparatury wg 2.1.2d). Natychmiast przelać całą dyspersję do cylindra sedymentacyjnego, a pozostałość wymywać kilkakrotnie wodą destylowaną, którą dołączyć do dyspersji w cylindrze. Do cylindra wprowadzić pipetę i uzupełnić zawartość cylindra do poziomu 200 mm, stosując jako ciecz uzupełniającą wodę destylowaną lub alkohol wg tabl. 1. Całość przenieść do termostatu wg 2.1.2c).

Tablica 1

Lp.	Rodzaj wypełniacza	Odważka wypełniacza (N) g	Ilość i rodzaj dyspergatora
1	Kaolin	12	0,2 g węgla sodowego cz.d.a. i 0,1 g heksametafosforanu sodowego cz. rozpuścić w 500 cm ³ wody destylowanej
2	Baryt	20	0,75 g heksametafosforanu sodowego cz. rozpuścić w 500 cm ³ wody destylowanej
3	Siarczan barowy strącany	30	0,75 g heksametafosforanu sodowego cz. rozpuścić w 500 cm ³ wody destylowanej
4	Kreda	3,5	0,4 g pirofosforanu sodowego rozpuścić w 500 cm ³ 20 % roztworu alkoholu etylowego cz. w wodzie destylowanej
5	Węglan wapnia strącany		
6	Dolomit		
7	Talk	10	0,4 g pirofosforanu sodowego cz. rozpuścić w 500 cm ³ 20 % roztworu alkoholu etylowego cz. w wodzie destylowanej
8	Talk zawierający węglany		

cd. tabl. 1

Lp.	Rodzaj wypełniacza	Odważka wypełniacza (N) g	Ilość i rodzaj dyspergatora
9	Krzemian glinowo-sodowy syntetyczny	5	0,75 g heksametafosforanu sodu cz. rozpuścić w 500 cm ³ wody destylowanej
10	Krzemionka syntetyczna		

2.1.6.2. Obliczanie czasu (t), po którym należy pobrać pipetą kolejne porcje dyspersji z cylindra. Czas t opadania ziarn o określonej średnicy zastępczej obliczony w sekundach, po którym należy pobrać frakcje ziarnowe opadające w dyspersji uwarunkowany jest równaniem Stokesa

$$t = \frac{18 \cdot S_n \cdot n}{g D^2 (d_s - d_c)} \cdot 10^8 \quad (3)$$

w którym:

- S_n — droga opadania ziarn wyznaczona wg 2.1.5, cm,
 n — lepkość cieczy dyspergującej w temperaturze pomiaru (przyjąć lepkość wody), Pa · s,
 g — przyspieszenie grawitacyjne ziemi, $g = 981 \text{ cm/s}^2$,
 d_s — gęstość badanego wypełniacza, g/cm³,
 d_c — gęstość cieczy dyspergującej w temperaturze pomiaru (przyjąć gęstość wody), g/cm³,
 D — określona średnica zastępcza ziarna, μm (dla pierwszego pomiaru wynosi 60 μm , a dla ostatniego 2 μm).

2.1.6.3. Wykonanie analizy sedymentacyjnej. Dyspersję przygotowaną wg 2.1.6.1, po osiągnięciu temperatury otoczenia, wyjąć z termostatu. Zawartość cylindra sedymentacyjnego starannie wymieszać przez kilkakrotne obrócenie dnem do góry. Natychmiast po wymieszaniu i ustawieniu cylindra włączyć sekundomierz, przyjmując ten moment za początek pomiaru (czas = 0). Kolejne porcje dyspersji $a_1, a_2, a_3 \dots a_n$ o objętości 10 cm³ pobierać pipetą natychmiast po upływie czasu obliczonego dla poszczególnych frakcji. Naczynko pipety należy równomiernie napełnić w ciągu około 20 s, a po opróżnieniu i przepłukaniu pipety wodą destylowaną, należy kurek powoli otworzyć, aby opadająca w rurce pipety ciecz nie powodowała zawirowań zawiesiny. Zebrane do naczyń wagowych próbki dyspersji wysuszyć w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 105 °C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Przebieg analizy zapisać w tablicy obejmującej mierzone wielkości jak w załączniku 1.

2.1.7. Obliczanie udziału poszczególnych frakcji. Udział frakcji jednostronnie ograniczonych (f_n) obliczyć w procentach wg wzoru

$$f_n = \frac{a_n \cdot V_c \cdot 100}{V_p \cdot N} \quad (4)$$

w którym:

- a_n — masa n -tej frakcji, g,
 V_c — wewnętrzna objętość cylindra sedymentacyjnego wyznaczona wg 2.1.3, cm³,
 V_p — wewnętrzna objętość pipety wyznaczona wg 2.1.4, cm³,
 N — odważka wypełniacza, g.
 Udział frakcji dwustronnie ograniczonych (F_n) obliczyć w procentach wg wzoru

$$F_n = f_n - f_{n+1} \quad (5)$$

2.1.8. Przedstawienie wyników. Wynik analizy sedymentacyjnej przedstawić w postaci zestawienia procentowych udziałów frakcji jednostronnie ograniczonych i frakcji dwustronnie ograniczonych, w zależności od potrzeby podziału na frakcje. Wyniki przedstawić w tablicy wg załącznika 2.

2.1.9. Wynik. W dwóch przeprowadzonych pomiarach dla tej samej próbki rozbieżności wyników nie mogą przekraczać 5 % zawartości frakcji jednostronnie ograniczonych.

2.2. Oznaczanie pozostałości na sicie o boku oczka kwadratowego 0,125 mm, 0,063 mm i 0,045 mm wykonać wg PN-80/C-04401 p. 2.3.4.

2.3. Oznaczanie białości wykonać wg PN-70/C-04425.

2.4. Oznaczanie liczby olejowej wykonać wg PN-80/C-04401 p. 2.8.4.

2.5. Oznaczanie wilgotności wykonać wg PN-80/C-04401 p. 2.4.

2.6. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-80/C-04401 p. 2.5 metodą na zimno lub na gorąco w zależności od rodzaju wypełniacza. Wybór metody dla poszczególnych wypełniaczy stosować wg tabl. 2.

Tablica 2

Lp.	Rodzaj wypełniacza	Metoda	
		na zimno	na gorąco
1	Kaolin		x
2	Baryt		x
3	Siarczan barowy strącany		x
4	Kreda	x	
5	Węglan wapnia strącany	x	
6	Dolomit	x	
7	Talk		x
8	Talk (zawierający węglany)	x	
9	Krzemian glinowo-sodowy syntetyczny	—	—
10	Krzemionka syntetyczna	—	—

Dla wypełniacza nr 9 i 10 oznaczania nie wykonuje się.

2.7. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej wykonać wg PN-80/C-04401 p. 2.6.

2.8. Oznaczanie strat po prażeniu. Próbkę badanego wypełniacza uprzednio wysuszonego wg 2.5 odważyć w ilości około 2 g z dokładnością do 0,0002 g w tyglu porcelanowym uprzednio wysuszonym i zważonym z tą samą dokładnością.

Tygiel z próbką umieścić w piecu elektrycznym i prażyć w temperaturze 1000 ± 25 °C do stałej masy.

Straty prażenia (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

m_1 — masa tygla z badaną próbką przed prażeniem, g,

m_2 — masa tygla z badaną próbką po prażeniu, g,

m — odważka badanego wypełniacza, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,01 %.

2.9. Oznaczanie zawartości głównego składnika

2.9.1. Oznaczanie zawartości siarczanu barowego w siarczanie barowym strącanym i w barycie

2.9.1.1. Zasada oznaczania zgodna z PN-77/C-84088.10. W sposobie wykonania zastosowano dodatkowe stapianie i powtórne wytrącanie zanieczyszczeń, w celu poprawienia dokładności oznaczania.

2.9.1.2. Odczynniki i aparatura

a) Mieszanina topnikowa — 1 część węglanu potasowego cz.d.a. i 1 część węglanu sodowego cz.d.a. w stosunku masowym.

b) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a. — 1 g bezwodnego węglanu sodowego rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej.

c) Kwas solny cz.d.a. (1,18) oraz roztwory: 1+3, 1+100.

d) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) oraz roztwór 1+9.

e) Woda amoniakalna cz.d.a. roztwór 1+3.

f) Woda bromowa, roztwór nasycony.

g) Chlorowodorek hydroksylaminy cz.d.a., roztwór $d = 50 \text{ g/dm}^3$.

h) Tygle platynowe z przykrywką.

2.9.1.3. Przygotowanie próbek do badań

a) **Przygotowanie siarczanu barowego strącanego.** Do tygla platynowego odważyć 5 g mieszaniny topnikowej. Dodać około 1 g próbki uprzednio wysuszonej wg 2.5 i zważonej z dokładnością do 0,0002 g. Całość dobrze wymieszać i nałożyć na wierzch warstwę mieszaniny topnikowej w ilości około 1 g.

b) **Przygotowanie próbki barytu.** Do zlewki pojemności 400 cm³ przenieść około 1 g próbki uprzednio wysuszonej wg 2.5 i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, dodać 100 cm³ roztworu kwasu solnego (1+100) i pozostawić na 1 h w temperaturze pokojowej. Roztwór przesączyć przez twardy sączek, osad na sączku przemyć kilkakrotnie gorącą wodą destylowaną, sączek z osadem wysuszyć i spalić w tyglu platynowym. Dodać 5 g mieszaniny topnikowej, dobrze wymieszać i nałożyć na wierzch warstwę mieszaniny topnikowej w ilości około 1 g.

2.9.1.4. Wykonanie oznaczania

a) **Wykonanie oznaczania zawartości siarczanu barowego w siarczanie barowym strącanym.** Tygiel platynowy z próbką przygotowaną wg 2.9.1.3a) przykryć przykrywką i ogrzewać przez 15 min w temperaturze jasnego żaru. Po ochłodzeniu tygiel umieścić w zlewce pojemności 400 cm³ (zlewka A), zawierającej 100 cm³ gorącej wody destylowanej. Całość ogrzewać łagodnie

przez 15 min w celu wyekstrahowania stopu. Po zakończeniu ogrzewania wyjąć tygiel i przykrywkę za pomocą szklanego pręcika i nad zlewką spłukać wodą destylowaną tygiel, przykrywkę i pręcik. Do zlewki pojemności 600 cm³ (zlewka B) odmierzyć 95 cm³ wody destylowanej i 5 cm³ stężonego kwasu solnego i umieścić w niej tygiel z przykrywką. Ekstrakt w zlewce A pozostawić do osadzania się osadu na ciepłej płytce azbestowej na 30 min, po czym roztwór zdekantować przez twardy sączek, a osad pozostały w zlewce przemyć trzykrotnie przez dekantację, stosując każdorazowo 10 cm³ gorącego roztworu węglanu sodowego i przenieść go na sączek. Powtórzyć przemycanie trzykrotnie, stosując po 5 cm³ roztworu węglanu sodowego. Sączek z osadem umieścić w zlewce B po uprzednim usunięciu z niej i opłukaniu tygla z przykrywką. Zawartość zlewki B przykryć szkiełkiem zegarkowym, podgrzać do wrzenia i utrzymywać w temperaturze wrzenia przez 5 min, po czym roztwór przesączyć przez twardy sączek. Osad na sączku przemyć sześciokrotnie, stosując po 10 cm³ gorącej wody destylowanej. Kwaśne przesącze wraz z wodą po przemyciu zachować do dalszego oznaczania. Sączek z osadem przenieść do tygla platynowego, wysuszyć i spalić. Po spaleniu sączka dodać do tygla 2 g mieszaniny topnikowej, przykryć przykrywką i stapać przez 15 min w temperaturze jasnego żaru. Po ochłodzeniu umieścić tygiel z przykrywką w zlewce A zawierającej 50 cm³ gorącej wody destylowanej. Ogrzewać łagodnie przez 15 min w celu wyekstrahowania stopu. Po ostudzeniu usunąć tygiel i przykrywkę ze zlewki za pomocą pręcika szklanego, przepłukując nad zlewką wodą destylowaną tygiel, przykrywkę i pręcik. Przesączyć roztwór przez twardy sączek i osad na sączku przemyć dwukrotnie stosując po 5 cm³ roztworu węglanu sodowego. Tygiel z przykrywką umieścić w zlewce zawierającej 20 cm³ kwasu solnego (1+3) i 50 cm³ gorącej wody destylowanej, wypłukać, po czym wyjąć, a kwaśny roztwór przelać przez sączek z osadem. Przesączyć z rozpuszczonym osadem połączyć z poprzednim kwaśnym przesączem pozostawionym do dalszego oznaczania. Przemyc jeszcze sączek sześciokrotnie, stosując po 5 cm³ gorącej wody destylowanej. Wody z przemycia również dołączyć do kwaśnych przesączy i całość roztworu rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 300 cm³, po czym ogrzać do wrzenia i powoli dodawać 20 cm³ gorącego kwasu siarkowego (1+9). Następnie zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na łaźni wodnej na 3 h. Po tym czasie roztwór wraz z osadem przesączyć przez twardy sączek, przemyć kilkakrotnie ciepłą wodą destylowaną. Sączek z osadem wysuszyć, spalić i wyprażyć do stałej masy w temperaturze 850 °C w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu.

b) **Wykonanie oznaczania zawartości siarczanu barowego w barycie.** Oznaczanie wykonać wg poz. a) do momentu połączenia kwaśnych przesączów i rozcieńczenia całości roztworu do objętości 300 cm³, stosując próbkę przygotowaną wg 2.9.1.3b). Otrzymany roztwór doprowadzić do wrzenia w celu usunięcia CO₂ i dodać wody bromowej aż do pojawienia się żółtego zabarwienia,

a następnie wody amoniakalnej w wyczuwalnym nadmiarze. Całość doprowadzić do wrzenia w celu strącenia wodorotlenków żelaza, glinu i manganu. Wytrącony osad przesączyć przez miękki sączek i przemyć trzykrotnie gorącym roztworem wody amoniakalnej. Otrzymane przesącze zebrać w zlewce pojemności 400 cm³ (zlewka A). Osad na sączku rozpuścić w zlewce o objętości 250 cm³ w 8 cm³ kwasu solnego (1+3) i 12 cm³ wody destylowanej, do której należy dodać kilka kropki hydroksyloaminy. Całość rozcieńczyć do objętości 50 cm³, dodać wody bromowej do pojawienia się żółtego zabarwienia, a następnie wody amoniakalnej w niewielkim nadmiarze, doprowadzając roztwór do wrzenia. Powstały osad przesączyć przez miękki sączek i przemyć trzykrotnie gorącym roztworem wody amoniakalnej. Przesącz dołączyć do przesącza znajdującego się w zlewce A. Całość zakwasić kwasem solnym (1+3) wobec oranżu metylowego, dodając około 4 cm³ kwasu w nadmiarze, po czym ogrzewać do wrzenia i powoli dodawać 20 cm³ gorącego kwasu siarkowego (1+9). Dalej postępować jak w poz. a).

2.9.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość siarczanu barowego (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_4 \cdot 100}{m_3} \quad (7)$$

w którym:

m_4 — masa wyprażonego osadu siarczanu barowego, g,

m_3 — odważka wypełniacza, g.

2.9.1.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,05 %.

2.9.2. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu w kredzie, dolomicie i talku zawierającym węglany (o stratach po prażeniu powyżej 10 %)

2.9.2.1. Odczynniki

- Chlorek amonowy cz.d.a.
- Woda amoniakalna cz.d.a., ($d = 0,880$ g/cm³).
- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05 mol/l.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 6N.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 4N.
- Czerń eriochromowa T (1 g czerni eriochromowej T utrzyć dokładnie z 99 g chlorku sodowego cz.d.a.).
- Barwnik Pattona i Reedara — kalces w mieszaninie z chlorkiem sodowym (1 g kalcesu i 100 g chlorku sodowego cz.d.a. rozetrzeć dokładnie i przechowywać w naczyniu szklanym z doszlifowanym korkiem).

h) Roztwór wzorcowy magnezu 0,05 mol/l (1,2160 g uprzednio wypłukanych w alkoholu etylowym i wysuszonych wiórków magnezowych cz.d.a. rozpuścić ostrożnie w 6N roztworze kwasu solnego, dodając go w niewielkim nadmiarze. Pod koniec reakcji roztwór łagodnie podgrzać. Po ostudzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą destylowaną i dokładnie wymieszać).

2.9.2.2. Ustalanie poprawki miana 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 40 cm³ 0,05 mol/l roztwo-

ru magnezu, dodać wody amoniakalnej do otrzymania pH 10 ÷ 11, dodać 10 cm³ wody destylowanej i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z winnoczerwonej na niebieską, dodając czerni eriochromowej pod koniec miareczkowania. Poprawkę miana 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego obliczyć wg wzoru

$$P = \frac{V_1}{V} \quad (8)$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,05 mol/l roztworu magnezu użytego do ustalenia poprawki miana 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego, cm³,

V — objętość 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego użytego do miareczkowania 0,05 mol/l roztworu magnezu, cm³.

2.9.2.3. Przygotowanie próbki. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g, 0,5 g wypełniacza wysuszonego do stałej masy wg 2.5, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą destylowaną i dodać 7 cm³ kwasu solnego. W celu całkowitego rozkładu osadu roztwór podgrzewać do wrzenia pod przykryciem, po czym rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 100 cm³, dodać 3 g chlorku amonowego i zneutralizować wodą amoniakalną (z niewielkim nadmiarem). Pozostały nierozpuszczalny osad przesączyć i przemyć gorącą wodą destylowaną. Przesącz po zakwaszeniu kwasem solnym przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

2.9.2.4. Oznaczanie zawartości wapnia. Z próbki przygotowanej wg 2.9.2.3 pobrać pipetą 100 cm³ roztworu, przenieść do zlewki pojemności około 400 cm³, rozcieńczyć wodą destylowaną do 250 cm³, dodać roztworu wodorotlenku potasowego w celu otrzymania pH co najmniej 12, dodać 0,2 ÷ 0,4 barwnika Pattona i Reedara i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z ciemnoczerwonej na niebieską.

Zawartość wapnia (X₃) w przeliczeniu na CaCO₃ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_2 \cdot P \cdot 0,005}{m_s} \cdot 100 \quad (9)$$

w którym:

V_2 — objętość 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,005 — ilość CaCO₃ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego, g,

P — poprawka miana 0,05 mol/l wersenianu dwusodowego oznaczona wg 2.9.2.2,

m_s — odważka wypełniacza, g.

2.9.2.5. Oznaczanie zawartości magnezu. Z próbki przygotowanej wg 2.9.2.3 pobrać pipetą 100 cm³ roztworu, przenieść do zlewki pojemności 400 cm³, rozcieńczyć wodą destylowaną do 250 cm³, dodać wody amoniakalnej do otrzymania pH 10–11 i miareczkować mianowanym roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z ciemnoczerwonej na niebieską, dodając czerni eriochromowej pod koniec miareczkowania.

Zawartość magnezu (X_4) w przeliczeniu na MgCO₃ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(V_3 - V_2) \cdot P \cdot 5 \cdot 0,004216}{m_5} \cdot 100 \quad (10)$$

w którym:

- V_2 — objętość 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania wg 2.9.2.4, cm³,
- V_3 — objętość 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- P — poprawka miana 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego oznaczona wg 2.9.2.2,
- 0,004216 — ilość MgCO₃ 1 cm³ ściśle 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego, g,
- m_5 — odważka wypełniacza, g.

2.9.2.6. Obliczanie sumarycznej zawartości wapnia i magnezu w przeliczeniu na węglan wapniowy. Zawartość wapnia i magnezu (X_5) w przeliczeniu na CaCO₃ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{V_3 \cdot P \cdot 5 \cdot 0,005}{m_5} \cdot 100 \quad (11)$$

w którym:

- V_3 — objętość 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania wg 2.9.2.5, cm³,
- P — poprawka miana 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego oznaczona wg 2.9.2.2,

0,005 — ilość CaCO₃ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 mol/l roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m_5 — odważka wypełniacza, g.

2.9.2.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,5 %.

2.9.3. Oznaczanie zawartości krzemionki w krzemionce syntetycznej

2.9.3.1. Odczynniki i materiały

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+1.
- b) Fluorowódor cz.d.a. 40 %.
- c) Tygle platynowe.
- d) Parownice platynowe.

2.9.3.2. Przygotowanie próbek. Badaną próbkę wyprażyć w tyglu platynowym w temperaturze 1000 °C ±25 °C do stałej masy.

2.9.3.3. Wykonanie oznaczania. W uprzednio wyprażonej do stałej masy parownicy platynowej odważyć z dokładnością do 0,0002 g, 2 g próbki przygotowanej wg 2.9.3.2. Próbkę zwilżyć 1 cm³ kwasu siarkowego, odparować i prażyć przez 15 min w temperaturze 900 °C ±25 °C. Po ostudzeniu w eksykatorze zważyć z dokładnością 0,0002 g. Następnie dodać do parownicy z osadem 15 cm³ fluorowodoru i 1 cm³ kwasu siarkowego i odparować na łaźni wodnej do całkowitego rozkładu osadu. Dodać powtórnie 10 cm³ fluorowodoru i dalej odparowywać. Pozostałość wyprażyć w ciągu 15 min w temperaturze 900 °C. Po ostudzeniu w eksykatorze parownicę z pozostałością zważyć z tą samą dokładnością. Zawartość krzemionki SiO₂ (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \cdot 100 \quad (12)$$

w którym:

- m_6 — masa próbki po odparowaniu kwasu siarkowego i wyprażeniu, g,
- m_7 — masa próbki po odparowaniu fluorowodoru, g,
- m_8 — odważka próbki, g.

2.9.3.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,5 %.

K O N I E C

ZAŁĄCZNIK 1

PRZEBIEG ANALIZY SEDYMENTACYJNEJ

Nr próbki	Droga opadania S_n (cm)	Frakcja μm	Czas opadania (t) h, min · s	Masa pustego naczynka (g)	Masa naczynka z frakcją (g)	Masa frakcji (g)	Udział frakcji (%)
1	200						
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							

ZAŁĄCZNIK 2

PRZYKŁADOWY WYNIK ANALIZY SEDYMENTACYJNEJ

Lp.	Frakcja (μm)	Udział f_n (%%)	Frakcja od — do (μm)	Udział f_n (%%)
1	60	100	60	0,0
2	40	98,5	40 ÷ 60	1,5
3	30	96,0	30 ÷ 40	2,5
4	20	90,0	20 ÷ 30	6,0
5	10	77,0	10 ÷ 20	13,0
6	6	67,0	6 ÷ 10	10,0
7	4	59,0	4 ÷ 6	8,0
8	2	44,5	2 ÷ 4	19,5
9	1	31,5	1 ÷ 2	13,0

INFORMACJE DODATKOWE

- 1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Przemysłu Tworzyw i Farb, Gliwice.

2. Normy związane

PN-80/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

PN-70/C-04425 Pigmenty i wypełniacze do wyrobów lakierowych.

Wyznaczanie białości
- PN-77/C-84088.10 Baryt. Oznaczanie zawartości siarczanu barowego metodą wagową

3. Normy międzynarodowe i zagraniczne

ISO 3262 Extenders for paints

W. Brytania BS 1795:1976 Specification for extenders for paints

4. Autor projektu normy — inż. Krystyna Szandała — Instytut Przemysłu Tworzyw i Farb, Gliwice.