

ROLNICTWO PASZE TREŚCIWE I INNE PRODUKTY ROLNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-84
	Kreda pastewna		9164-01
			Zamiast BN-69/9164-01
			Grupa katalogowa 1542

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kreda pastewna stosowana w bezpośrednim spasaniu lub jako dodatek w mieszankach paszowych.

1.2. Określenia. Kreda pastewna jest to produkt otrzymywany przez odpowiednią przeróbkę mechaniczną z kredy naturalnej lub wapieni o wysokiej zawartości węglanu wapniowego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od składu chemicznego surowca i rozdrobnienia rozróżnia się dwa gatunki kredy:

- gatunek I,
- gatunek II,

2.2. Przykład oznaczenia kredy pastewnej gatunku I:
KREDA PASTEWNA I BN-84/9164-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Zawartość substancji obcych w kredzie pastewnej, jak np. odłamki szkła, drewna, węgla, żelaza jest niedopuszczalna.

3.2. Wymagania szczegółowe

Lp.	Wymagania	Gatunek I	Gatunek II
1	Zawartość części nierozpuszczalnych: w 15% HCL, w procentach, nie więcej niż w tym piasku, w procentach, nie więcej niż	3,0 1,0	5,0 2,5
2	Zawartość tlenków żelazowego i glinowego ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$), w procentach, nie więcej niż	2,0	
3	Zawartość węglanu wapniowego ($CaCO_3$), w procentach, nie mniej niż	92,0	
4	Wilgotność, w procentach, nie więcej niż	1,0	2,0
5	Zawartość arsenu (As), w procentach, nie więcej niż	0,0001	0,0004
6	Odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 2 mm, w procentach, nie więcej niż	1,0	
7	Odsiew na sicie o boku oczka kwadratowego 0,3 mm, w procentach, nie więcej niż	50,0	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kreda pastewna powinna być pakowana w worki z tworzyw sztucznych lub papierowe otwarte lub wentylowe co najmniej 3-warstwowe wg PN-76/P-79005.

Worki otwarte należy zszywać lub wiązać sznurkiem — wiązanie worków drutem jest niedopuszczalne. Masa brutto worka z kredą pastewną powinna wynosić 50 kg z dopuszczalną odchyłką ± 2 kg. Na workach powinien być umieszczony trwały napis lub przywieszka kartonowa zawierająca:

- a) oznaczenie wg 2.2,
- b) nazwę wytwórni i adres,
- c) datę produkcji,
- d) masę brutto 50 ± 2 kg.

Wysokość liter i cyfr na przywieszce i na workach powinna wynosić co najmniej 20 mm.

4.2. Przechowywanie. Kredę pastewną opakowaną wg 4.1 należy przechowywać wg BN-69/6731-08. Magazyny powinny zabezpieczać kredę przed zanieczyszczeniami i wchłanianiem obcych zapachów.

4.3. Transport. Kreda pastewna w opakowaniu wg 4.1 powinna być przewożona zgodnie z BN-69/6731-08. Warunki transportu powinny zabezpieczać kredę przed zanieczyszczeniami i wchłanianiem obcych zapachów.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zanieczyszczeń,
- b) oznaczanie zawartości piasku,
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w 15% roztworze kwasu solnego,
- d) oznaczanie zawartości tlenków żelazowego i glinowego ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$),
- e) oznaczanie zawartości węglanu wapniowego ($CaCO_3$),
- f) oznaczanie wilgotności,
- g) oznaczanie zawartości arsenu (As),
- h) oznaczanie odsiewu.

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Wiążących Materiałów Budowlanych.

Ustanowiona przez Ministra Budownictwa i Przemysłu Materiałów Budowlanych dnia 16 sierpnia 1984 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1984 poz. 31)

5.2. Wielkość partii nie może przekroczyć 100 t zgodnie z PN-75/R-64769.

5.3. Sposób pobierania próbek jednostkowych i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbkę jednostkowe kredy pastewnej należy przygotować oraz pobrać średnią próbkę laboratoryjną zgodnie z PN-75/R-64769 z tą różnicą, że masa próbki ogólnej powinna wynosić około 15 kg, a masa próbki laboratoryjnej około 1 kg.

5.4. Przygotowanie próbki do analizy chemicznej. Ze średniej próbki laboratoryjnej pobrać około 30 g kredy, rozdrobnić tak, aby całość przeszła przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,3 mm i wysuszyć w temperaturze $105 \pm 5^\circ\text{C}$ do stałej masy.

5.5. Opis badań

5.5.1. Objasnienia ogólne. Ważenie przy czynnościach analitycznych należy wykonywać na wadze analitycznej z dokładnością do $\pm 0,0002$ g. Za wynik ostateczny dla poszczególnych oznaczeń analizy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równocześnie wykonanych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza dopuszczalnej wartości ustalonej dla każdej metody.

Dopuszczalne różnice między wynikami oznaczeń podane są w procentach bezwzględnych. Do wszystkich czynności analitycznych, jak również do nastawiania roztworów, należy używać wody destylowanej.

Stopnie czystości odczynników wg PN-68/C-01060. Podane przy nazwie kwasów i wody amoniakalnej wartości, np. (1,19), (1,42) itp. oznaczają ich gęstości. Wyrażenia np. (1+1), (1+30) itp. określają stosunek objętości stężonego kwasu lub stężonej wody amoniakalnej do objętości wody. Przez nazwę roztwór należy rozumieć roztwór wodny, przez nazwę sączonek — sączonek ilościowy.

5.5.2. Oznaczanie zanieczyszczeń — wg PN-75/R-64787.

5.5.3. Oznaczanie zawartości piasku

5.5.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na wydzielaniu z części nierozpuszczalnych piasku na zasadzie dekantacji roztworu, przesączeniu piasku, wyprażeniu w temperaturze $1050 \div 1100^\circ\text{C}$, zważeniu i obliczeniu procentowej zawartości.

5.5.3.2. Odczynniki — kwas solny cz.d.a. (1,19).

5.5.3.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.3 odważyć 50 g z dokładnością do 0,01 g.

Umieścić w zlewce o pojemności 1000 cm^3 , zwilżyć wodą i ostrożnie małymi porcjami dolewać kwas solny do zaprzestania wydzielania się pęcherzyków dwutlenku węgla. Następnie roztwór ogrzać do wrzenia. Po ostudzeniu przepuszczać przez zlewkę słaby strumień wody za pomocą węża gumowego zanurzonego do połowy głębokości zlewki.

Strumień wody powinien być wyregulowany w ten sposób, aby natężenie przepływu wynosiło 1 l przez 3 min. Co pewien czas zawartość zlewki należy ostrożnie zamieszać pręcikiem szklanym po uprzednim wyjęciu węża ze zlewki. Strumień wody przepuszczać do chwili wyklarowania się roztworu w zlewce. Następnie zawartość zlewki przesączyć przez miękki sączonek i przepłukać wodą destylowaną. Sączonek z osadem umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu porcelano-

wym, prażyć do stałej masy i po ostudzeniu w eksykatorze zważyć tygiel z osadem. Od otrzymanej masy odjąć masę zważonego tygla.

5.5.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość piasku x_1 obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

m — masa wyprażonego piasku, g,

m_1 — masa odważonej próbki, g.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie może przekraczać 0,2%.

5.5.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w 15% roztworze kwasu solnego

5.5.4.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na rozpuszczeniu kredy w kwasie solnym, odsączeniu części nierozpuszczalnych, wyprażeniu, zważeniu i obliczeniu procentowej ich zawartości.

5.5.4.2. Odczynniki

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 15%,

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1%.

5.5.4.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.4 odważyć 2 g kredy z dokładnością do 0,005 g, przenieść do zlewki o pojemności 400 cm^3 , dodać 20 cm^3 kwasu solnego pod przykryciem. Zlewkę ogrzać do wrzenia, spłukać szkiełko oraz ścianki zlewki wodą i sączyć zawartość przez sączonek średniej gęstości. Osad na sączku przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl. Przesącz zostawić do oznaczania żelaza i glinu. Sączonek z osadem przenieść do uprzednio wyprażonego do stałej masy, zważonego tygla porcelanowego lub platynowego, wysuszyć i prażyć w temperaturze $1000 \div 1050^\circ\text{C}$ do stałej masy, po czym zważyć tygiel z osadem. Od otrzymanej masy odjąć masę zważonego tygla.

5.5.4.4. Obliczanie wyników. Zawartość części nierozpuszczalnych x_2 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

m — masa części nierozpuszczalnych, g,

m_1 — masa odważonej próbki, g.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie może przekraczać 0,15%

5.5.5. Oznaczanie zawartości tlenków żelazowego i glinowego ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)

5.5.5.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na miareczkowaniu roztworem wersenianu dwusodowego jonów żelazowych przy $\text{pH} = 1,5$ wobec kwasu salicylowego jako wskaźnika, a następnie po doprowadzeniu roztworu do $\text{pH} = 3,2$ jonów glinu wobec układu wskaźnikowego: PAN — wersenian miedzi.

5.5.5.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Błękit bromofenolowy, 0,1% roztwór w alkoholu etylowym (1+1).

- c) Kwas solny cz.d.a. (1,19) i roztwór 0,1 mol/l.
 d) Roztwór buforowy pH=1,5, odważyć 7,505 g kwasu aminooctowego cz.d.a. i 5,850 g chlorku sodowego cz.d.a.

Odważone odczynniki rozpuścić w wodzie i roztwór rozcieńczyć do objętości 1000 cm³. Z przygotowanego roztworu pobrać 300 cm³ i zmieszać z 700 cm³ 0,1 mol/l roztworu kwasu solnego.

- e) Wskaźnik PAN, 0,1% roztwór w alkoholu etylowym.

- f) Urotropina cz.d.a.

- g) Oranż ksilenolowy roztarty z chlorkiem sodowym w stosunku 1:100.

- h) Kwas salicylowy cz.d.a., 5% roztwór w alkoholu etylowym.

- i) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 25%.

- j) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

- k) Cynk metaliczny cz.d.a.

- l) Kwas nadchlorowy cz.d.a., roztwór 60 ÷ 72%.

- ł) Mureksyd, wskaźnik stały w mieszaninie z NaCl w stosunku 1:100.

- m) Chlorek ołowiawy cz.d.a.

- n) Kwas azotowy cz.d.a. (1,39).

- o) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór około 0,01 mol/l.

Ustalanie miana roztworu wg metody A lub wg metody B.

Metoda A. Odważyć 3,35 g z dokładnością do 0,005 g wersenianu dwusodowego, rozpuścić w wodzie i roztwór rozcieńczyć do objętości 1000 cm³.

Ustalić miano roztworu stosując jako wzorzec cynk metaliczny. W tym celu należy odważyć na wadze analitycznej 0,21 ÷ 0,23 g cynku metalicznego do zlewki o pojemności około 1000 cm³. Dodać 5 cm³ roztworu kwasu nadchlorowego i zlewkę z zawartością ogrzewać do rozpuszczenia cynku. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 500 cm³ i kolbę dopełnić wodą do kreski. Z przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 50 cm³ do kolby stożkowej o objętości 300 cm³, dodać 100 cm³ wody, szczyptę oranżu ksilenowego, 2 ÷ 3 g urotropiny i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy czerwonej na żółtą.

Miano roztworu wersenianu dwusodowego M_1 , wyrażone w g Fe₂O₃ na 1 cm³ roztworu i miano roztworu wersenianu dwusodowego M_2 wyrażone w g Al₂O₃ na 1 cm³ roztworu, obliczyć wg wzorów:

$$M_1 = \frac{m}{v} \cdot 1,2213 \quad (3)$$

$$M_2 = \frac{m}{v} \cdot 0,7796 \quad (3a)$$

w których:

m — odważka cynku, g, w 50 cm³ roztworu wzorcowego,

v — objętość zużytego do miareczkowania roztworu wersenianu dwusodowego, cm³,

1,2213 — współczynnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząsteczkowej ½ Fe₂O₃ do masy atomowej Zn,

0,7796 — współczynnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząsteczkowej ½ Al₂O₃ do masy atomowej Zn.

Metoda B. Odważyć 3,35 g z dokładnością do 0,005 g wersenianu dwusodowego, rozpuścić w wodzie i roztwór rozcieńczyć do objętości 1000 cm³.

Ustalić miano roztworu stosując jako wzorzec chlorek ołowiawy. W tym celu należy odważyć na wadze analitycznej 0,1 g wysuszonego do stałej masy w temperaturze 120°C chlorku ołowiawego cz.d.a. Nawagę umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 100 cm³ wody i gotować do rozpuszczenia się kryształów PbCl₂. Roztwór ochłodzić, dodać szczyptę oranżu ksilenolowego, 2 krople roztworu kwasu azotowego (1,39), a następnie urotropiny cz.d.a. do wystąpienia czerwono-fioletowego zabarwienia dodając około 2 g nadmiaru. Miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwono-fioletowej na cytrynową.

Miano roztworu wersenianu dwusodowego M_3 , wyrażone w g Fe₂O₃ na 1 cm³ roztworu i miano roztworu wersenianu dwusodowego M_4 wyrażone w g Al₂O₃ na 1 cm³ roztworu, obliczyć wg wzorów:

$$M_3 = \frac{m \cdot 0,2871}{v} \quad (4)$$

$$M_4 = \frac{m \cdot 0,1833}{v} \quad (4a)$$

w których:

m — odważka chlorku ołowiawego, g,

0,2871 — mnożnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząsteczkowej ½ Fe₂O₃ do masy cząsteczkowej PbCl₂,

0,1833 — mnożnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząsteczkowej ½ Al₂O₃ do masy cząsteczkowej PbCl₂,

v — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³.

p) Wersenian miedziowy: odważyć 2,25 g pięciowodnego siarczanu miedziowego cz.d.a. z dokładnością do 0,005 g, rozpuścić w wodzie i roztwór rozcieńczyć do objętości 250 cm³. Z przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 10 cm³ do kolby stożkowej o pojemności 500 cm³, dodać 200 cm³ wody, 10 cm³ roztworu amoniaku i miareczkować używanym do oznaczeń CaO roztworem wersenianu dwusodowego wobec mureksydu do uzyskania fioletowego zabarwienia roztworu. Następnie odmierzyć dokładnie 200 cm³ roztworu siarczanu miedziowego i zmieszać z roztworem wersenianu dwusodowego odmierzonego w ilości 20 v , gdzie v = objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania 10 cm³ roztworu siarczanu miedziowego, cm³.

5.5.5.3. Wykonanie oznaczania. Przesącz po oddzieleniu części nierozpuszczalnych wg 5.5.4.3 rozcieńczyć wodą do 300 cm³ i dodać kilka kropli błękitu bromofenolowego do uzyskania lekko żółtego zabarwienia. Następnie dodać kroplami wody amoniakalnej do uzyskania pierwszego trwałego niebieskiego zabarwienia. W przypadku przedozowania wody amoniakalnej roztwór zakwasić kwasem solnym (1,19) do barwy żółtej i ponownie dodawać wody amoniakalnej do pojawienia się pierwszego trwałego niebieskiego zabarwienia. Następnie do badanego roztworu dodać 20 cm³ 0,1 mol/l roztworu kwasu solnego (powinna wrócić barwa żółta), 15 cm³ roztworu buforowego o pH=1,5 i 10÷20 kropli roztworu kwasu salicylowego. Roztwór ogrzać do temperatury 40÷50°C i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z fioletowej na żółtą. W czasie miareczkowania należy utrzymywać temperaturę roztworu w granicach 40÷50°C.

Objętość zużytego do miareczkowania wersenianu dwusodowego oznaczyć v_1 . Następnie do miareczkowanego roztworu dodawać kroplami roztworu octanu amonowego do uzyskania trwałego niebieskiego zabarwienia, po czym szybko dodać 5 cm³ kwasu octowego lodowatego, 3 krople roztworu wersenianu miedziowego i roztworu wskaźnika PAN do uzyskania różowego zabarwienia. Roztwór ogrzać do wrzenia i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z różowej na żółtą, po czym ponownie ogrzać do wrzenia i gotować przez około 20 s, a w przypadku zaniku barwy żółtej dodawać roztwór wersenianu dwusodowego do uzyskania trwałego żółtego zabarwienia. Gotowanie i miareczkowanie powtarzać tak długo, aż barwa roztworu nie będzie ulegać zmianie. Zużytą do miareczkowania objętość wersenianu sodowego oznaczyć jako v_2 .

5.5.5.4. Obliczanie wyników. Zawartość tlenków żelazowego i glinowego x_3 lub x_4 obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_3 = \frac{v_1 \cdot M_1 + (v_2 - v_1) \cdot M_2}{m_1} \cdot 100 \quad (5)$$

(jeśli miana roztworu ustalone są wg metody A) w którym:

- v_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania jonów Fe^{+3} , cm³,
- v_2 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania jonów Fe^{+3} i Al^{+3} , cm³,
- M_1 — miano roztworu wersenianu dwusodowego, g Fe_2O_3 na 1 cm³,
- M_2 — miano roztworu wersenianu dwusodowego, g Al_2O_3 na 1 cm³,
- m_1 — masa odważonej próbki kredy, g,

albo

$$x_4 = \frac{v_3 \cdot M_3 + (v_4 - v_3) \cdot M_4}{m_1} \cdot 100 \quad (6)$$

(jeśli miana roztworu ustalone są wg metody B) w którym:

- v_3 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania jonów Fe^{+3} , cm³,
- v_4 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania jonów Fe^{+3} i Al^{+3} , cm³,
- M_3 — miano roztworu wersenianu dwusodowego, g Fe_2O_3 na 1 cm³,
- M_4 — miano roztworu wersenianu dwusodowego, g Al_2O_3 na 1 cm³,
- m_1 — masa odważonej próbki kredy, g.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie może przekraczać 0,2%.

5.5.6. Oznaczanie zawartości węgla wapniowego

5.5.6.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu jonów wapnia roztworem wersenianu dwusodowego przy pH 12÷13 wobec kalcesu, po uprzednim zamaskowaniu przeszkadzających jonów trójetanoloaminą.

5.5.6.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kalces roztarty z chlorkiem potasowym lub sodowym w stosunku 1:100,
- b) Oranż ksilenolowy roztarty z chlorkiem sodowym w stosunku 1:100,
- c) Papierki wskaźnikowe uniwersalne dla pH=1÷10,
- d) Trójetanoloamina cz.d.a., roztwór (1+1),
- e) Cynk metaliczny cz.d.a.
- f) Urotropina cz.d.a.
- g) Kwas nadchlorowy cz.d.a., roztwór około 72%.
- h) Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwory (1+1) i (1+30).
- i) Kwas azotowy cz.d.a. (1,42).
- j) Chlorek ołowiawy cz.d.a.
- k) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór około 0,04 mol/l.

Ustalanie miana roztworu wg metody A lub wg metody B.

Metoda A. Odważyć 13,4 g z dokładnością do 0,005 g wersenianu dwusodowego, rozpuścić w wodzie i roztwór rozcieńczyć do objętości 1000 cm³.

Ustalić miano roztworu stosując jako wzorzec cynk metaliczny. W tym celu należy odważyć na wadze analitycznej 0,80-0,81 g cynku metalicznego do zlewki o pojemności 100 cm³. Odważony cynk zwilżyć wodą, pod przykryciem dodać 15 cm³ roztworu kwasu nadchlorowego i zlewkę z zawartością ogrzać do rozpuszczenia cynku.

Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1000 cm³ i kolbę dopełnić wodą. Z przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 100 cm³ do kolby stożkowej o pojemności 300 cm³, dodać 100 cm³ wody, szczyptę oranżu ksilenolowego, 2÷3 g urotropiny i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwonej na żółtą.

Miano roztworu wersenianu dwusodowego M_5 , wyrażone w gramach CaCO_3 na 1 cm³ roztworu, należy obliczyć wg wzoru

$$M_5 = \frac{100 \cdot m \cdot 1,5308}{v \cdot 1000} \quad (7)$$

w którym:

m — odważka cynku, g,

1,5308 — mnożnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząsteczkowej CaCO_3 do masy atomowej Zn,

v — objętość zużytego do miareczkowania roztworu wersenianu dwusodowego, cm^3 .

Metoda B. Odważyć 13,4 g z dokładnością do 0,005 g wersenianu dwusodowego, rozpuścić w wodzie i roztwór rozcieńczyć do objętości 1000 cm^3 .

Ustalić miano roztworu stosując jako wzorzec chlorek ołowiawy. W tym celu należy odważyć 0,5 g chlorku ołowiawego, wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 120°C. Odważkę umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm^3 , dodać 100 cm^3 wody i gotować do rozpuszczenia się kryształów PbCl_2 . Roztwór ochłodzić, dodać szczyptę oranżu ksylenolowego, 2 krople roztworu kwasu azotowego, a następnie urotropiny aż do wystąpienia czerwono-fioletowego zabarwienia dodając około 2 g nadmiaru. Miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwono-fioletowej na cytrynową.

Miano roztworu wersenianu dwusodowego M_6 , wyrażone w gramach CaCO_3 na 1 cm^3 roztworu, należy obliczyć wg wzoru

$$M_6 = \frac{m \cdot 0,3598}{v} \quad (8)$$

w którym:

m — odważka chlorku ołowiawego, g,

0,3598 — mnożnik przeliczeniowy wyrażający stosunek masy cząsteczkowej CaCO_3 do masy cząsteczkowej PbCl_2 ,

v — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 .

1) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 20% lub wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 15%.

5.5.6.3. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.5.1 odważyć 1 g. Odważkę umieścić w zlewce pojemności 250 cm^3 , przykryć szkiełkiem zegarowym i dodać 1 cm^3 wody, 1 cm^3 kwasu solnego oraz 15 cm^3 roztworu kwasu nadchlorowego. Po ustaniu burzliwej reakcji, szkiełko zegarowe opłukać i usunąć. Zlewkę z zawartością ogrzewać na płycie grzejnej do pojawienia się gęstych białych dymów i pozostawić w tej temperaturze przez 5 min. Następnie zlewkę nieco ochłodzić, dodać 200 cm^3 wrzącej wody, dokładnie wymieszać i sączyć przez miękki sączek, zbierając przesącz do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 i dopełnić kolbę wodą do kreski. Zlewkę i sączek przemyć małymi porcjami gorącej wody o łącznej ilości 250 cm^3 .

W przypadku braku odpowiednich warunków dla pracy z kwasem nadchlorowym należy postępować inaczej:

z próbki przygotowanej wg 5.5.1 odważyć 1 g do zlewki pojemności 250 cm^3 , przykryć szkiełkiem zegarowym,

dodać 5 cm^3 wody i 15 cm^3 kwasu solnego (1,19). Opłukać szkiełko zegarowe oraz brzegi zlewki i odparować na łaźni do sucha. Następnie suszyć w temperaturze 130÷135°C przez 1 h.

Po ochłodzeniu zlewki osad zwilżyć 5 cm^3 kwasu solnego (1,19), dodać kilka kropli kwasu azotowego, ogrzewać przez 10 min na łaźni wodnej, dodać 50 cm^3 wrzącej wody i sączyć przez twardy sączek. Osad na sączku przemyć 3 razy ciepłym roztworem kwasu solnego (1+30), a następnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl , zbierając przesącz do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 i dopełnić kolbę wodą do kreski.

Z roztworu tak przygotowanego w obu przypadkach należy pipetą odmierzyć 50 cm^3 do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 . Rozcieńczyć wodą do około 200 cm^3 , wkraplać roztwór wodorotlenku potasowego lub sodowego do $\text{pH}=3\div5$ wobec papierka wskaźnikowego, dodać około 10÷15 cm^3 roztworu trójetanoluaminy i roztworu wersenianu dwusodowego w ilości mniejszej o kilka cm^3 od przewidywanej do zakończenia miareczkowania. Następnie dodać 20 cm^3 roztworu wodorotlenku potasowego lub sodowego, szczyptę kalcesu i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwonej na czysto niebieską.

5.5.6.4. Obliczanie wyników. Zawartość węglanu wapniowego x_5 lub x_6 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_5 = v_1 \cdot M_5 \cdot 10 \cdot 100 \quad (9)$$

(jeśli miano roztworu ustalone jest wg metody A) w którym:

v_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

M_5 — miano roztworu wersenianu dwusodowego wyrażone w gramach CaCO_3 na 1 cm^3 roztworu, g/cm^3 ,

albo

$$x_6 = v_2 \cdot M_6 \cdot 10 \cdot 100 \quad (9a)$$

(jeśli miano roztworu ustalone jest wg metody B) w którym:

v_2 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

M_6 — miano roztworu wersenianu dwusodowego wyrażone w gramach CaCO_3 na 1 cm^3 roztworu, g/cm^3 .

Dopuszczalna różnica pomiędzy wynikami dwóch oznaczeń nie może przekraczać 0,8%.

5.5.7. Oznaczanie wilgotności

5.5.7.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na wysuszeniu kredy do stałej masy i obliczeniu wilgotności z różnicy masy przed i po suszeniu.

5.5.7.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki przygotowanej wg 5.3 odważyć w uprzednio zważonym i wysuszonym naczynku wagowym 5 g kredy z dokładnością do 0,005 g i suszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy. Następnie naczynko ostudzić w ekssykatorze w ciągu 20 min, zamknąć przykrywką i zważyć. Od otrzymanej masy odjąć masę zważonego naczynka.

5.5.7.3. Obliczanie wyników. Wilgotność x_7 obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_7 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \quad (10)$$

w którym:

m — masa wysuszonej próbki, g,

m_1 — masa odważonej próbki, g.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń nie może przekroczyć 0,15%.

5.5.8. Oznaczanie zawartości arsenu (As) — wg PN-81/C-04511.

5.5.9. Oznaczanie odsiewu. Oznaczanie odsiewu dla kredy pastewnej z wapienia należy wykonać na sucho z próbki 100 g, zważonej z dokładnością do 0,01 g, zgodnie z PN-71/C-04501 p. 4.3.

Oznaczanie odsiewu dla kredy pastewnej z kredy naturalnej należy wykonać na mokro z próbki 100 g, zważonej z dokładnością do 0,01 g, zgodnie z PN-71/C-04501 p. 4.4.

5.6. Ocena wyników badania. Partię kredy pastewnej należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli badania wykażą zgodność z 3.1 i 3.2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Wiążących Materiałów Budowlanych.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/9164-01

a) wprowadzono zróżnicowane zawartości piasku i arsenu dla gatunku II,

b) zmieniono wymiary sit kontrolnych,

c) zmieniono metodę oznaczania zawartości węgla wapniowego,

d) wprowadzono metodę oznaczania odsiewu zgodnie z PN-71/C-04501 na mokro dla kredy z kredy naturalnej oraz na sucho dla kredy z wapieni.

3. Normy i dokumenty związane

PN-68/C-01060 Oznaczanie stopni czystości surowców i produktów przemysłu chemicznego

PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonywania

PN-81/C-04511 Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

PN-75/R-64769 Pasze. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-75/R-64787 Oznaczanie szkodników zbożowo-mącznych i zanieczyszczeń

BN-69/6731-08 Transport i przechowywanie

4. Symbol wg SWW — 1418-333.

5. Autor projektu normy mgr inż. Henryka Szczerba.