

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Tlenek żelazowy do różu polerskiego	6013-02
		Zamiast BN-66/6013-02
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest tlenek żelazowy uwodniony do różu polerskiego otrzymywany przez utlenianie żelaza tlenem z powietrza w wodnym roztworze siarczanu żelazawego w obecności getytu.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Tlenek żelazowy stosuje się do otrzymywania różu polerskiego do produkcji szkła lustrzanego.

2. OZNACZENIE

TLENEK ŻELAZOWY DO RÓŻU POLERSKIEGO
BN-77/6013-02

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Tlenek żelazowy do różu polerskiego powinien mieć postać drobnoziarnistego proszku barwy od żółtej do brązowej, nie zawierającego zanieczyszczeń mechanicznych, a występujące grudki powinny dawać się łatwo rozcierać w palcach.

3.2. Wymagania fizykochemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Tlenku żelazowego (Fe_2O_3), %, nie mniej niż	78
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie królewskiej, %, nie więcej niż	0,4
c) Wilgotność, %, nie więcej niż	1
d) Pozostałość po przesiewie, %, nie więcej niż	0,5
e) Tlenku wapniowego, %, nie więcej niż	4
f) Straty po prażeniu, %, nie więcej niż	15

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Tlenek żelazowy należy pakować w ilości 25 ÷ 40 kg do worków papierowych, przeciwarstwowych rodzaju OK lub OKF wg PN-76/P-79005, o wymia-

rach 1200 x 700 x 240 mm, lub innych wg PN-68/O-79027, zamykanych przez szycie lub zawijanie.

Tlenek żelazowy można również pakować do pojemników kontenerowych hermetycznie zamykanych pojemności nie mniejszej niż 1 m³.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwałe oznakowanie wg PN-76/O-79252 zawierające co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2,
- c) numer partii,
- d) masę brutto i netto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji do formowania jednostek ładunkowych używać należy palet wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformację.

4.3. Przechowywanie. Tlenek żelazowy pakowany w worki papierowe należy przechowywać w krytych i suchych pomieszczeniach magazynowych z zastosowaniem paletyzacji. Worki z tlenkiem żelazowym można również przechowywać bez paletyzacji, układając w stosy dziesięciowarstwowe, dwurzędowe, przylegające do siebie dnami.

4.4. Transport. Tlenek żelazowy pakowany w worki papierowe należy przewozić krytymi środkami transportu.

Ładunek i przeładunek powinien być wykonany w warunkach zabezpieczających przed opadami atmosferycznymi. Opakowania wg 4.1 należy ładować na środek transportowy zgodnie z aktualnymi Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych i samochodów ciężarowych w komunikacji wewnętrznej.

Worki należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego i zabezpieczyć przed przesuwaniem się w czasie transportu. Wystające wewnątrz środka transportu śruby, haki i inne ostre części konstrukcyjne powinny być usunięte lub zabezpieczone tak, aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu.

W przypadku opakowań kontenerowych, dopuszcza się transport w wagonach otwartych lub na platformach.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 15 października 1977 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 35/1977 poz. 118)

5. BADANIA

5.1. Program i rodzaje badań – wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Zakres badań		Opis badań wg
	pełne	niepełne	
a) sprawdzenie wymagań ogólnych	+	+	5.4.1
b) oznaczanie tlenku żelazowego	+	+	5.4.2
c) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie królewskiej	+	+	5.4.3
d) oznaczanie wilgotności	+	+	5.4.4
e) oznaczanie pozostałości po przesiewie	+	+	5.4.5
f) oznaczanie tlenku wapniowego	+	+	5.4.6
g) oznaczanie strat po prażeniu	+	+	5.4.7
+ oznacza obowiązek wykonania			

Badania pełne należy wykonywać okresowo raz na kwartał w celu kontroli oraz przy każdej zmianie surowców i technologii.

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii tlenku żelazowego.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 15 ton produktu lub zawartość kontenera.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej – wg PN-75/C-04400. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 400 g.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych – wykonać organoleptycznie.

5.4.2. Oznaczanie tlenku żelazowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. (1,18).
- Kwas siarkowy cz., roztwór 1-procentowy.
- Papierki uniwersalne.
- Węglan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.
- Wersenian dwusodowy, cz. d. a., roztwór 0,05M; 16,605 g soli uwodnionej lub 16,805 g soli bezwodnej (wysuszonej w temperaturze $120 \pm 130^\circ\text{C}$ do stałej masy) odważonej z dokładnością do 0,0002 g umieszczyć w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i rozpuścić w wodzie. Po rozpuszczeniu dopełnić wodą do kreski.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g badanego tlenku żelazowego z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³. Dodać 15 cm³ kwasu solnego, nakryć kolbę szkłem zegarkowym i ogrzewać do rozpuszczenia się tlenku żelazowego. Po

rozpuszczeniu próbki dodać 50 cm³ wody i po ochłodzeniu przenieść (ilościowo) do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³.

Roztwór w kolbie dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać 20 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 100 cm³ wody i wkraplać roztwór węglanu sodowego do uzyskania pH około 2,5 (papierek uniwersalny).

Następnie dodać 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego i silnie mieszając miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego.

Po każdym dodaniu wersenianu mieszać około 15 s. Za koniec miareczkowania przyjąć żółte zabarwienie roztworu.

Zawartość tlenku żelazowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_1 = \frac{0,0039925 \cdot V \cdot 250 \cdot 100}{20 \cdot m} \quad (1)$$

w którym:

V – objętość ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m – odważka badanego tlenku żelazowego, g,

0,0039925 – ilość gramów Fe₂O₃ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,5%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w wodzie królewskiej

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy, cz. d. a. (1,4).
- Kwas solny, cz. d. a. (1,19), roztwór 1 + 5.
- Rodanek amonowy lub potasowy, cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
- Woda królewska.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g tlenku żelazowego z dokładnością do 0,001 g, przenieść do zlewki pojemności 600 cm³, dodać 100 cm³ wody królewskiej. Zlewkę przykryć szkłem zegarkowym, ogrzać do wrzenia i ogrzewać około 1 h do całkowitego rozpuszczenia się osadu na ściankach zlewki. Rozpuszczoną próbkę rozcieńczyć 300 cm³ wody i przesączyć. Osad na sączku przemyć dokładnie gorącym roztworem kwasu solnego do zaniku reakcji na obecność Fe²⁺, co należy sprawdzić następująco: do 2 cm³ przesączu dodać 1 kroplę kwasu azotowego wolnego od żelaza i 2 cm³ roztworu rodanek amonowy. Roztwór nie powinien zabarwić się na czerwono.

Sączek z osadem przenieść do tygla porcelanowego, uprzednio wyprażonego do stałej masy i zważonego z dokładnością do 0,0002 g. Sączek spalić i wypażyć do stałej masy w temperaturze 800^oC.

Wyprażoną próbkę ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość części nierozpuszczalnych w wodzie królewskiej (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m – odważka badanego tlenku żelazowego, g,

m_1 – masa tygla z częściami po prażeniu, g,

m_2 – masa wyprażonego tygla, g.

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

5.4.4. Oznaczanie wilgotności – wg PN-71/C-04401.

5.4.5. Oznaczanie pozostałości po przesiewie – wg PN-71/C-04401 p. 2.4.3 stosując alkohol etylowy jako ciecz zwilżającą i biorąc do oznaczenia 10 g badanego tlenku żelazowego.

5.4.6. Oznaczanie tlenku wapniowego

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz., roztwór 1-procentowy.
- Kwas solny cz. d.a., (1,19), roztwór 1±1.
- Kwas siarkowy cz. (1,84), roztwór 5-procentowy.
- Nadmanganian potasowy cz., roztwór 0,1N
- Szczawian amonowy cz., roztwór nasycony.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 2,5 g tlenku żelazowego z dokładnością do 0,0002 g i wysypać do zlewki pojemności 250 cm³, dodać 20 cm³ wody i 20 cm³ kwasu solnego. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia próbki. Następnie spłukać szkiełko zegarkowe i odparować roztwór w zlewce do objętości około 10 cm³. Zawartość zlewki rozcieńczyć gorącą wodą, po czym ochłodzić i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 250 cm³. Do roztworu dodać w nadmiarze amoniaku i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze około 60°C tak długo, aż wytrącony osad skoaaguluje. Po ochłodzeniu zawartość kolby stożkowej przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać i przesączyć przez suchy sączek.

Przesączonej próbki pipetą 100 cm³ roztworu do zlewki pojemności 250 cm³, ogrzać do wrzenia, dodać nadmiar roztworu szczawianu amonowego i ponownie ogrzać, aż do opadnięcia wytrąconego osadu. Po upływie 1 h przesączyć zawartość zlewki przez sączek, osad przemywać amoniakiem, aż próbka przesyci zakwaszona 5-procentowym roztworem kwasu siarkowego po dodaniu 2 kropli roztworu nadmanganianu potasowego i lekkim ogrzaniu nie odbarwi się.

Sączek z osadem przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm³. Dodać 100 cm³ wody destylowanej i 10 cm³ kwasu siarkowego (1,84). Zawartość kolby ogrzać do temperatury 70°C, po czym miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do lekko różowego zabarwienia.

Zawartość tlenku wapniowego (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,002804 \cdot 250 \cdot v}{m} \quad (3)$$

w którym:

0,002804 – ilość CaO odpowiadającego 1 cm³ 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego, g,

V – objętość ściśle 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m – odważka badanego tlenku żelazowego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,1%.

5.4.7. Oznaczanie strat po prażeniu. Odważyć w tyglu porcelanowym wyprażonym do stałej masy, około 2 g tlenku żelazowego z dokładnością do 0,001 g po uprzednim wysuszeniu go do stałej masy w temperaturze 105°C. Próbkę prażyć w piecu mufowym o temperaturze około 800°C w ciągu 3 h, ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Straty po prażeniu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

m – odważka badanego tlenku żelazowego, g.

m_1 – masa tlenku żelazowego po prażeniu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,5%.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120, metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Tlenek żelazowy należy uznać za zgodny z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 są zgodne z wymaganiami wg 3.1 i 3.2.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przestać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Zakłady Chemiczne ORGANIKA – ZACHEM w Bydgoszczy.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6013-02:

- a) obniżono pozostałość po przesiewie z 1,5% do 0,5%,
- b) obniżono zawartość tlenku wapniowego z 5% do 4%,
- c) obniżono zawartość strat po prażeniu z 16% do 15%,
- d) obniżono zawartość części nierozpuszczalnych w wodzie królewskiej z 0,5% do 0,4%,
- e) wyeliminowano oznaczanie objętości nasypowej,
- f) wprowadzono badania pełne i niepełne,
- g) uaktualniono warunki pakowania, przechowywania i transportu.

2. Normy i dokumenty związane

PN-75/C-04400 Pigmenty. Pobieranie i przygotowywanie próbek

PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jedno płytowe, czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800 x x 1200 EUR

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

4. Symbol wg SWW 1311-229.

5. Autorzy projektu normy – mgr Przemysław Nawracała, mgr inż. Ewa Radzińska, Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy.