

BARWNIKI I PIGMENTY	NORMA BRANŻOWA	BN-73 6046-12
	Żółcień cynkowa zasadowa	
		Grupa katalogowa X 18 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest żółcień cynkowa zasadowa — pigment nieorganiczny, którego głównym składnikiem jest zasadowy chromian cynkowy o wzorze $\text{ZnCrO}_4 \cdot 4\text{Zn(OH)}_2$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Żółcień cynkowa zasadowa jest stosowana jako składnik farb do gruntowania, zwłaszcza do gruntów reaktywnych.

1.3. Normy związane

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

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

Pozostałe normy związane podano w 3.1.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości składnika podstawowego oraz zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki żółcieni cynkowej zasadowej oznaczone cyframi rzymskimi: I i II.

2.2. Przykład oznaczenia żółcieni cynkowej zasadowej gatunku I:

ŻÓŁCIEŃ CYNKOWA ZASADOWA I

BN-73/6046-12

SWW 1311-232

¹⁾ Symbol wg SWW: 1311-232.

3. WYMAGANIA I BADANIA

3.1. Zestawienie wymagań i metody badań

Wymagania	Gatunki		Metody badań wg
	I	II	
a) Wygląd	zgodnie z 3.4		
b) Cynku w przeliczeniu na ZnO , %	68,5 ÷ 72	67 ÷ 73	3.5
c) Chromu w przeliczeniu na CrO_3 , %, co najmniej	17	16	3.6
d) Siarczianów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na $\text{SO}_4^{1)}$, %, najwyżej	0,1 ¹⁾	0,2 ¹⁾	3.7
e) Chlorków rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na $\text{Cl}^{1)}$, %, najwyżej	0,1 ¹⁾	0,2 ¹⁾	3.8
f) Wilgotność, %, najwyżej (z odważki 2 g)	1,0	1,0	PN-80/C-04401
g) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,3	0,6	3.9
h) Substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chloroku amonowego, %, najwyżej	0,8	1,2	3.10
i) pH wyciągu wodnego ²⁾	6 ÷ 7,5		PN-80/C-04401
j) Pozostałość na sicie o boku oczka kwadratowego 0,063 mm, %, najwyżej (z odważki 5 g i woda jako ciecz wymywająca)	0,5	1,0	PN-80/C-04401

Zjednoczenie Przemysłu Farb i Lakierów

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora ZPFiL dnia 18 czerwca 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1974 r. (Dz. Norm. i Miar nr 31/1973, poz. 98)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		Metody badań wg
	I	II	
k) Liczba olejowa (2 odważki 3 g)	45 ÷ 70		PN-80/C-04401
¹⁾ Oznaczanie wykonuje się wtedy, gdy zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie przekracza wartość 0,2% dla gat. I i 0,4% dla gat. II. ²⁾ Wykonuje się tylko na życzenie odbiorcy.			

3.2. Wielkość partii. Partię stanowi żółcień cynkowa zasadowa jednego gatunku przedstawiona do odbioru przez producenta, o masie nie przekraczającej 4000 kg.

3.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki należy pobierać i przygotowywać średnią próbkę laboratoryjną zgodnie z PN-75/C-04400. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

3.4. Określenie wyglądu przeprowadza się nieuzbrojonym okiem na wybranym losowo co 5 opakowaniu. Przy wysyłce do 5 opakowań należy sprawdzić wygląd żółcień w każdym opakowaniu. Żółcień cynkowa zasadowa powinna mieć postać mialkiego proszku barwy żółtej. Nie powinna zawierać zanieczyszczeń mechanicznych, a występujące grudki powinny się łatwo rozcierać w palcach.

3.5. Oznaczanie zawartości cynku w przeliczeniu na ZnO

3.5.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczaniu próbki w kwasie siarkowym, zobojętnieniu roztworu amoniakiem i miareczkowaniu roztworem wersenianu dwusodowego w środowisku buforu octanowego.

3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy (EDTA-Na), roztwór 0,05M: 18,612 g wersenianu dwusodowego dwuwodnego cz.d.a. odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić na gorąco w wodzie, roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą do kreski.

b) Wzorcowy roztwór cynku 0,05M: 3,2690 g metalicznego cynku cz.d.a. rozpuścić w wysokiej zlewce pojemności 250 cm³ w roztworze kwasu solnego (1+1), a następnie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełniając wodą destylowaną do kreski.

c) Bufor octanowy (pH=6,0÷6,1): 80,0 g octanu sodowego bezwodn. 133,0 g octanu sodowego trójwodnego odważonego z dokładnością do 0,1 rozpuścić w wodzie destylowanej, dodać 1,6 cm³ kwasu octowego lodowatego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³.

d) Kwas siarkowy cz., roztwór 1+5.

e) Kwas solny cz., roztwór 1+1.

f) Oranż ksylenolowy: 1 g oranżu ksylenolowego rozetrzeć dokładnie w moździerzu ze 100 g chloru sodowego cz.d.a.

g) Amoniak cz., roztwór 10-procentowy.

3.5.3. Oznaczanie miana wersenianu dwusodowego. Odmierzyć biuretą 20 cm³ 0,05M wzorcowego roztworu cynku do kolby stożkowej pojemności 200÷300 cm³, spłukując ścianki wodą z tryskawki, dodać 20 cm³ buforu octanowego, szczyptę oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z fioletoworóżowej na cytrynowożółtą.

Miano wersenianu dwusodowego (M_1) w przeliczeniu na ZnO oblicza się wg wzoru

$$M_1 = \frac{20 \cdot 81,38 \cdot 0,05}{1000 \cdot V} = \frac{0,08138}{V}$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu sodowego, cm³,

81,38 — masa cząsteczkowa tlenku cynkowego (ZnO), g.

3.5.4. Wykonanie oznaczania. Około 1 g badanej żółcień cynkowej zasadowej odważonej z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski. Pobrać pipetą 50 cm³ roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać około 50 cm³ wody, zobojętnić roztworem amoniaku do wystąpienia nieznacznego zmętnienia roztworu.

Następnie dodać kilka kropel roztworu kwasu solnego do zniknięcia zmętnienia, 20 cm³ buforu octanowego, niewielką ilość oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy — czerwono-pomarańczowej na ciemnożółtą.

Pod koniec miareczkowania wersenian dodawać kroplami, gdyż zmiana zabarwienia następuje po jednej kropli.

Zawartość cynku w przeliczeniu na tlenek cynkowy (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot M_1 \cdot 10}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość zużytego wersenianu dwusodowego, cm³,

M_1 — miano wersenianu dwusodowego w przeliczeniu na ZnO,

m — masa żółcień cynkowej zasadowej, g.

3.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,3%.

3.6. Oznaczanie zawartości chromu w przeliczeniu na CrO_3

3.6.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu próbki w kwasie solnym, redukcji chromu jodem potasowym i odmiareczkowaniu wydzielonego jodu roztworem tiosiarczanu sodowego.

3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a (1,19), roztwory: 1+1 i 1+2.

b) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

c) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.

d) Skrobia, roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany.

3.6.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,5 g żółci cynkowej zasadowej, wysuszonej uprzednio do stałej masy w $100 \div 105^\circ\text{C}$ i zważonej z dokładnością do 0,002 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 750 cm^3 i rozpuścić w 100 cm^3 roztworu kwasu solnego (1+2). Dodać 10 cm^3 roztworu kwasu solnego (1+1), 20 cm^3 roztworu jodku potasowego i około 40 cm^3 kwasu solnego (1,19). Kolbę zamknąć korkiem szklanym, zawartość starannie wymieszać i pozostawić na $5 \div 10$ min w miejscu zaciemnionym. Następnie zawartość kolby miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności 5 cm^3 roztworu skrobi, aż do wystąpienia jasnozielonej barwy bez niebieskiego odcienia.

W czasie miareczkowania roztwór energicznie mieszać. Zawartość chromianów (X_2) w przeliczeniu na CrO_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,003333}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m — masa żółci cynkowej zasadowej, g,

0,003333 — ilość bezwodnika kwasu chromowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1N tiosiarczanu sodowego, g.

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

3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na SO_4

3.7.1. Zasada oznaczania polega na sporządzeniu ekstraktu wodnego żółci cynkowej zasadowej, redukcji zawartych w nim chromianów, wytrąceniu osadu siarczanu barowego i oznaczaniu go metodą wagową.

3.7.2. Aparatura i przyrządy. Wytrząsarka laboratoryjna.

3.7.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a (1,18).

c) Alkohol etylowy cz.d.a.

3.7.4. Wykonanie oznaczania. 30 g żółci cynkowej zasadowej, odważonej z dokładnością do 0,1 g umieścić w kolbie stożkowej, dodać 300 cm^3 wody i wytrząsać w temperaturze pokojowej w ciągu 1 h, aż utworzy się jednorodna zawiesina, a temperatura wody nie wzrośnie. Roztwór przesączyć przez twardy sączek i pobrać 50 cm^3 przesączu (resztę przesączu pozostawić do dalszych badań wg 3.8 i 3.9), przenieść do kolby, dodać 3 cm^3 kwasu solnego oraz kilka cm^3 alkoholu etylowego. Roztwór gotować w celu redukcji chromianów, aż do otrzymania zielonego zabarwienia. Podczas gotowania roztworu należy zwracać uwagę na uniknięcie strat, gdyż następuje gwałtowne ulatnianie związków organicznych.

Następnie wprowadzać kroplami roztwór chloru barowego, aż do niewielkiego nadmiaru.

Powstały siarczan barowy pozostawić przez noc, oddzielić od roztworu przez sączenie na twardym sączku, przemyć ciepłą wodą do zaniku jonów chlorkowych w przesączu, prażyć w temperaturze około 800°C do stałej masy i po ostudzeniu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,001 g. W przypadku stwierdzenia żółtego zabarwienia osadu, co świadczy o niecałkowitym zredukowaniu się chromianów, oznaczanie należy powtórzyć na nowej odwadze badanego pigmentu. Zawartość siarczanów rozpuszczalnych w wodzie (X_3) w przeliczeniu na SO_4 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 6 \cdot 0,4111}{30} \cdot 100$$

w którym:

30 — odważka żółci cynkowej zasadowej, g,

m_1 — pozostałość po prażeniu, g,

0,4111 — współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na SO_4 .

3.7.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

3.8. Oznaczanie zawartości chlorków rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na Cl

3.8.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu chlorków za pomocą azotanu srebrowego w obecności chromianu potasowego jako wskaźnika.

3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

b) Azotan srebrowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

3.8.3. Wykonanie oznaczania. Do 50 cm³ klarownego przesącza otrzymanego wg 3.7 dodać 1 cm³ roztworu chromianu potasowego. Do roztworu dodawać powoli roztwór azotanu srebrowego, aż do wystąpienia słabego czerwono-brązowego zabarwienia przy jednoczesnym silnym mieszaniu zawartości kolby. Następnie wykonać ślepą próbę, stosując 50 cm³ wody i miareczkować roztworem azotanu srebrowego wobec 1 cm³ roztworu chromianu potasowego, aż do wystąpienia identycznego zabarwienia roztworu jak w badanej próbce.

Przy porównywaniu roztworów należy zwracać uwagę na opalescencje i zmętnienie.

Zawartość chlorków rozpuszczalnych w wodzie (X_4) w przeliczeniu na Cl⁻ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{0,00354 \cdot (V_1 - V_0) \cdot 6}{30} \cdot 100$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania próbki badanej, cm³,

V_0 — objętość roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbce, cm³,

30 — odważka żółcieni cynkowej zasadowej, g,

0,00354 — ilość g Cl⁻ odpowiadająca 1 cm³ 0,1N roztworu azotanu srebrowego.

3.8.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

3.9. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie

3.9.1. Wykonanie oznaczania. 50 cm³ klarownego przesącza otrzymanego wg 3.7 odparować do sucha w uprzednio zważonej parownicy porcelanowej, a następnie suszyć w temperaturze 105 ± 2°C do stałej masy.

Parownicę ostudzić w eksykatorze do temperatury pokojowej, a następnie zważyć.

Zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m \cdot 6}{30} \cdot 100$$

w którym:

m — pozostałość po suszeniu, g,

30 — naważka żółcieni cynkowej zasadowej, g.

3.9.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

3.10. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego

3.10.1. Odczynniki i roztwory. Amoniakalny roztwór chlorku amonowego przygotowany przez rozpuszczenie 30 g chlorku amonowego cz.d.a. w mieszaninie 500 cm³ amoniaku cz.d.a. (0,88) i 600 cm³ wody.

3.10.2. Wykonanie oznaczania. Około 5 g żółcieni cynkowej zasadowej uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C i zważonej z dokładnością do 0,001 wytrząsa się w ciągu 1 h w temperaturze pokojowej ze 100 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku amonowego.

Zawartość kolby pozostawić na 30 min do opadnięcia osadu, po czym roztwór zdekantować przez uprzednio wysuszony do stałej masy szklany sączek Schotta G5. Do osadu w kolbie dodać 100 cm³ amoniakalnego roztworu chlorku amonowego, wytrząsać 5 min i zawiesinę przesączyć przez sączek Schotta G5. Osad przenieść na sączek za pomocą pręcika szklanego z gumką na końcu oraz niewielkiej ilości amoniakalnego roztworu chlorku amonowego. Ścianki sączka i osad przemyć 25 cm³ wody i sączek wraz z osadem wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 ± 2°C.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m — masa żółcieni cynkowej zasadowej, g,

m_1 — masa osadu, g.

3.10.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Żółcień cynkową zasadową należy pakować w czterowarstwowe worki papierowe z przekładką bitumiczną zgodnie z PN-76/P-79005.

Worki powinny być otwarte, klejone, o wymiarach zgodnych z PN-68/O-79027, pojemności 25 kg. Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania, nie gorszy jednak niż wyżej wymieniony i zgodny z szeregiem wymiarowym opakowań.

Na każdym opakowaniu powinien być umieszczony napis, zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii,
- d) masę brutto i netto,

e) napis: „Ostrożnie, środek szkodliwy — chronić drogi oddechowe i pokarmowe”, napis ostrzegawczy powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle, dwukrotnie większy niż inne napisy, zgodnie z PN-76/O-79252.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesunięciem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Żółcień cynkową zasadową należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i suchych, z dala od środków żywnościowych.

4.4. Transport. Żółcień cynkową zasadową należy przewozić krytymi środkami transportu z zachowaniem warunków przewidzianych dokumentami związanymi regulującymi przewóz materiałów niebezpiecznych w komunikacji krajowej lub międzynarodowej.

Worki należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu, a ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym lub w inny sposób tak, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

Występujące wewnątrz środka transportu śruby, haki, gwoździe i inne ostre części powinny być usunięte albo zabezpieczone tak, aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-65/C-81027

- a) zastosowano metodę wersenianową do oznaczania zawartości cynku,
- b) wprowadzono nowy parametr — zawartość części nierozpuszczalnych w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego,
- c) wyeliminowano następujące parametry: odcień, substancje nierozpuszczalne w kwasie octowym, ciężar właściwy,
- d) obniżono dla I gat. zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie,
- e) zamiast parametrów siarczany i chlorki wprowadzono parametry siarczany rozpuszczalne w wodzie i chlorki rozpuszczalne w wodzie i metody badań tych parametrów,
- f) zmieniono metodę oznaczania substancji rozpuszczalnych w wodzie.

Dotychczas obowiązująca PN-65/C-81027 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1974 r.

2. Zalecenia międzynarodowe i odpowiedniki w normach zagranicznych

ISO R 1249 (1970) Zinc chromate pigments. Basic zinc potassium chromate pigments and zinc tetrahydroxy — chromate pigments

RWPG PC 2088-69 Pigменты неорганические. Хроматы цинка

NRF DIN 55902 Pigmente. Zinkchromat-Pigmente. Technische Lieferbedingungen

Wielka Brytania BS 282, 389 (1963) Specifications for lead chromes and zinc chromes for paints

3. Przepisy dotyczące transportu

a) Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych — obowiązujące od dnia 15 września 1968 r. (Dz. T. i ZK nr 20 z dnia 3 września 1968 r. poz. 84),

b) Umowa o Międzynarodowej Kolejowej Komunikacji Towarowej (SMGS — załącznik 4 zawierający specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej, obowiązujący od 1 lipca 1966 r. tekst polski ogłoszony w Dz. T. i ZK nr 7 z 1966 r. poz. 35),

c) Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. PRL z 19 grudnia 1971 r.),

d) Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych — RID stanowiący załącznik 1 do Konwencji CIM (Dz.U. PRL nr 21 poz. 137 z 29 czerwca 1968 r.).

4. Wydanie 2 — stan aktualny: czerwiec 1980 — uaktualniono normy związane.