

ZAKŁADY CHEMICZNE "POLICE" S.A.	WARUNKI TECHNICZNE ODBIORU	WTO-ZChP- 341:2013
	Sole nieorganiczne Neutralizowany siarczan żelaza(II) FESPOL®14	Strona 1/11

1 WSTĘP

1.1 Przedmiot WTO

Przedmiotem warunków technicznych odbioru jest zneutralizowany monohydrat siarczanu żelaza(II) – FESPOL®14.

1.2 Zakres stosowania przedmiotu WTO

Zneutralizowany monohydrat siarczanu żelaza(II) stosowany jest w przemyśle cementowym między innymi do redukcji zawartego w cemencie chromu(VI), który ma właściwości uczulające i może powodować alergie.

1.3 Normy związane

PN-ISO 8213:1999 Produkty chemiczne stosowane w przemyśle -- Pobieranie próbek --
Stałe produkty chemiczne o rozdrobnieniu od proszków do brył
PN-C-60008:1974 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

2 OZNACZENIE

W oznaczeniu należy podać nazwę produktu, nazwę gatunku i numer dokumentu normalizacyjnego, zgodnie z poniższym przykładem:

Neutralizowany siarczan żelaza(II)
FESPOL®14

3 WYMAGANIA

3.1 Wymagania ogólne

Produkt powinien mieć beżową barwę, pylistą postać bez zbryleń i zanieczyszczeń mechanicznych. Dopuszcza się nietrwale zbrylenia, będące wynikiem sprasowania produktu w opakowaniu pod wpływem nacisku.

3.2 Wymagania chemiczne i fizyczne

Parametry gwarantowane dla każdej dostawy według tablicy 1.

Tablica 1

Badana cecha	Wymagania
a) postać	Droбноziarnisty, sypki proszek
b) barwa	beżowa
c) zawartość żelaza(II) (Fe^{2+}), co najmniej, % m/m	13,5
d) zawartość Fe^{2+} w przeliczeniu na $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, co najmniej, % m/m	41,0
e) pH 10%-owego roztworu, co najwyżej	2,5
f) pozostałość na sicie 0,125 mm, co najwyżej, % m/m	15,0
g) zawartość wilgoci w temp. 105°C, co najwyżej, % m/m	4,0

Wyżej wymienione parametry są potwierdzane na świadectwie badania laboratoryjnego przy każdej dostawie.

Parametry deklarowane na życzenie odbiorcy według tablicy 2:

Tablica 2

Badana cecha	Wymagania
a) gęstość nasypowa luźna, g/dm^3 , w granicach	$0,9 \pm 0,1$
b) gęstość nasypowa z ubiciem, g/dm^3 , w granicach	$1,1 \pm 0,1$
c) zawartość związków magnezu w/p na $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, co najwyżej, % m/m	13
d) zawartość związków wapnia w/p na $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, co najwyżej, % m/m	30
e) zawartość TiO_2 , co najwyżej, % m/m	7
f) zawartość wolnego kwasu w przeliczeniu na H_2SO_4 , co najwyżej, % m/m	0,5

W wyjątkowych przypadkach dopuszcza się uzgodnienie w porozumieniu z odbiorcą produktu innych parametrów jakościowych (parametry kontraktowe) niż wymienione Tablicy 1 i 2.

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1 Pakowanie

Zneutralizowany monohydrat siarczanu żelaza(II) pakuje się i przewozi w kontenerach elastycznych o pojemności od 500 kg do 1000 kg z dopuszczalną tolerancją $\pm 1\%$ deklarowanej wagi lub po uzgodnieniu z odbiorcą wysyłany jest także w autocysternach luzem. Każde opakowanie jednostkowe produktu powinno być oznakowane w sposób widoczny, wyraźnie czytelny z podaniem co najmniej następujących informacji:

- nazwa produktu;
- gatunek;
- nazwa lub znak producenta i jego adres;
- numer partii produkcyjnej;
- informacje ostrzegawcze umieszczone na etykiecie dołączonej do opakowania, zgodnie z Rozporządzeniem Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) Nr 1272/2008 z dnia 16 grudnia 2008r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji i mieszanin, zmieniające i uchylające dyrektywy 67/548/EWG i 1999/45/WE oraz zmieniające rozporządzenie (WE) nr 1907/2006 (wraz z późniejszymi zmianami);
- masę netto.

W przypadku produktu dostarczanego luzem dane zawarte w punkcie 4.1 od a) do e) umieszcza się w dokumentach towarzyszących.

4.2 Przechowywanie

W trakcie przechowywania należy nie dopuszczać do zawilgocenia i wtórnej aglomeracji produktu.

Zneutralizowany monohydrat siarczanu żelaza(II) dostarczany w autocysternach należy przechowywać w odpowiednio do tego przygotowanych silosach.

Produkt pakowany do kontenerów elastycznych należy przechowywać w czystych, suchych i dobrze wentylowanych budynkach magazynowych. Kontenery elastyczne nie przekraczające 500 kg można przechowywać w stosach do wysokości dwóch warstw, a powyżej 500 kg - w jednej warstwie.

4.3 Transport

Zneutralizowany monohydrat siarczanu żelaza(II) nie jest materiałem niebezpiecznym i nie podlega przepisom RID/ADR.

FESPOL[®]14 w kontenerach elastycznych należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi. Złożenie i zabezpieczenie ładunku powinno być zgodne z przepisami dotyczącymi ładowania i wyładowania środków transportu. Ładunek powinien być rozłożony równomiernie w sposób zabezpieczający przed przemieszczaniem opakowań oraz wzajemnym ich uszkodzeniem.

FESPOL[®]14 luzem należy przewozić specjalnie przeznaczonymi do tego celu autocysternami. Zbiornik autocysterny podstawionej pod załadunek musi być czysty i suchy.

W przewozie środkami transportowymi odbiorcy lub przewoźnika działającego na bezpośrednie zlecenie odbiorcy, odpowiedzialność za ewentualne pogorszenie jakości produktu ponosi odbiorca lub przewoźnik.

5 BADANIA

5.1 Program badań

Zneutralizowany monohydrat siarczanu żelaza(II) podlega badaniom według punktu 3:

- a) pełnym - zgodnie z tablicą 1;
- b) dodatkowym (po uzgodnieniu z odbiorcą) – zgodnie z tablicą 2.

5.2 Wielkość partii

Partia nie powinna zawierać więcej niż 100 ton produktu.

5.3 Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.

Przy poborze prób do celów kontroli produktu gotowego należy stosować wytyczne ogólne według PN-ISO 8213:1999.

Z partii produktu luzem należy pobrać z różnych miejsc i różnej głębokości, co najmniej pięć próbek pierwotnych, każda o masie co najmniej 200 g, próbnikiem numer 16 według normy PN-C-60008:1974.

Dopuszcza się także pobieranie próbek pierwotnych podczas załadowywania lub rozładowywania jednostek transportowych. Próbkę tę należy pobrać naczyniem do pobierania próbek przez przecięcie strumienia przesypywanego produktu w jednakowych odstępach czasu, nieprzekraczających połowy okresu załadunku lub rozładunku całej jednostki transportowej.

W przypadku produktu pakowanego w kontenery elastyczne, z każdej partii przeznaczonej do odbioru, należy pobrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań według tablicy 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
1÷2	próbka z każdego opakowania
3÷8	2
9÷25	3
26÷100	5

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g.

Pobrane próbki pierwotne należy połączyć w próbkę ogólną, której po dokładnym wymieszaniu należy pobrać dwie średnie próbki laboratoryjne o masie co najmniej 500 g.

Opakowanie średniej próby musi zabezpieczać próbę przed wszelkimi zmianami ilościowymi i jakościowymi. Na opakowaniu umieszcza się następujące informacje:

- nazwę zakładu, oznaczenie produktu;
- wielkość partii;
- nr partii produkcyjnej i miejsce pobierania próbki;
- imię i nazwisko osoby pobierającej próbkę.

5.4 Czystość odczynników

Jeżeli w normach przedmiotowych nie przewidziano inaczej, należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a.. Do sporządzania roztworów stosować wodę destylowaną lub o równoważnej czystości.

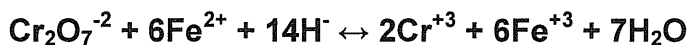
5.5 Opis badań

5.5.1 Sprawdzenie wymagań ogólnych na zgodność z postanowieniami według punktu 3.1 należy przeprowadzić w sposób wizualny.

5.5.2 Oznaczanie zawartości żelaza(II) metodą chromianometryczną

5.5.2.1. Zasada metody

Metoda polega na bezpośrednim miareczkowaniu żelaza(II) mianowanym roztworem dwuchromianu potasu. Reakcję utleniania jonów żelaza(II) przez jony $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ przedstawia równanie:



Powstające w czasie miareczkowania żelazo(III) jest kompleksowane przez dodany kwas fosforowy(V). Koniec miareczkowania rozpoznaje się za pomocą wskaźnika redoks – dwufenylosulfonianu sodowego.

5.5.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) dwuchromian potasu $K_2Cr_2O_7$, roztwór $0,05 \text{ mol/dm}^3$;
- b) mieszanina kwasu siarkowego(VI) i fosforowego(V): do kolby pojemności 1000 cm^3 wlać około 400 cm^3 wody destylowanej, 250 cm^3 kwasu fosforowego(V) cz.d.a. o stężeniu 85% H_3PO_4 i 150 cm^3 kwasu H_2SO_4 cz.d.a. o stężeniu minimum 95%, zmieszać i dopełnić wodą do kreski;
- c) dwufenyloaminosulfonian sodowy - 0,2% roztwór wodny.

5.5.2.3. Wykonanie oznaczania

Odważyć około 5 g dobrze uśrednionego siarczynu żelaza(II), próbkę przenieść ilościowo przy pomocy około 100 cm^3 wody destylowanej do kolby miarowej pojemności 250 cm^3 , dodać 3 cm^3 kwasu siarkowego(VI) o stężeniu minimum 95%, dobrze wymieszać i uzupełnić kolbę wodą destylowaną do kreski. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm^3 pobrać 25 cm^3 tak przygotowanego roztworu próbki, dodać 50 cm^3 mieszaniny kwasu siarkowego(VI) i fosforowego(V) i 10-15 kropli roztworu dwufenyloaminosulfonianu sodu. Miareczkować $0,05 \text{ mol/dm}^3$ roztworem $K_2Cr_2O_7$ (niezbyt intensywnie mieszając) do uzyskania trwałej barwy fioletowej.

Procentową zawartość żelaza Fe^{+2} obliczyć według wzoru:

$$Fe^{+2}[\%] = \frac{v \cdot n \cdot 0,05585}{m} \cdot \frac{250}{25} \cdot 100 = \frac{v \cdot n}{m} \cdot 55,85$$

w którym:

v - ilość roztworu $0,05 \text{ mol/dm}^3$ $K_2Cr_2O_7$ zużyta do miareczkowania, (cm^3);

n - stężenie molowe roztworu $K_2Cr_2O_7$, (mol/dm^3);

m - naważka siarczynu żelaza(II), (g);

0,05585 - milirównoważnik Fe.

5.5.2.4. Wynik końcowy oznaczania

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 1% wyniku niższego.

5.5.2.5. Obliczanie zawartości żelaza(II) w przeliczeniu na $FeSO_4 \cdot H_2O$

Procentową zawartość żelaza(II) w przeliczeniu na $FeSO_4 \cdot H_2O$ obliczyć według wzoru:

$$FeSO_4 \cdot H_2O = \%Fe^{2+} \cdot 3,04$$

5.5.3 Oznaczanie zawartości wolnych kwasów w przeliczeniu na H_2SO_4 5.5.3.1. Zasada metody

Metoda polega na wyekstrahowaniu kwasu siarkowego(VI) za pomocą alkoholu etylowego bezwodnego i miareczkowaniu roztworem wodorotlenku sodu wobec mieszaniny wskaźników do zmiany barwy roztworu z fioletowoczerwonej na szarozieloną.

5.5.3.2. Odczynniki i roztwory

a) alkohol etylowy – bezwodny;

b) wodorotlenek sodu, roztwór o stężeniu $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$;

Przygotowanie roztworu 0,1 mol/dm³ wodorotlenku sodu z roztworu stężonego:

Odważyć 200 g wodorotlenku sodu, rozpuścić w 200 cm³ wody, umieścić w naczyniu polietylenowym lub szklanym pokrytym wewnątrz warstwą parafiny lub cerezyny i zamknąć korkiem polietylenowym lub gumowym. Po 2÷3 tygodniach roztwór jest gotowy do użytku. Do kolby stożkowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 900 cm³ wody destylowanej nie zawierającej dwutlenku węgla, ostrożnie (za pomocą gruszki gumowej) pobrać do pipety wielowymiarowej 8,5 cm³ klarownego, stężonego roztworu wodorotlenku sodu, ostrożnie wprowadzić roztwór do kolby z wodą. po ostudzeniu roztworu do temperatury pokojowej uzupełnić wodą objętość roztworu w kolbie do 1 dm³ i zawartość kolby dobrze wymieszać.

c) czerwień metylowa i błękit metylenowy, mieszanina wskaźników

Przygotowanie czerwieni metylowej:

Roztwór czerwieni metylowej: 0,2 g czerwieni metylowej rozpuścić w 100 cm³ alkoholu etylowego.

Przygotowanie błękitu metylenowego:

Roztwór błękitu metylenowego: 0,1 g błękitu metylenowego rozpuścić w 100 cm³ alkoholu etylowego przy słabym ogrzewaniu.

Oba przygotowane roztwory wskaźników wymieszać w stosunku objętościowym 1:1.

5.5.3.3. Wykonanie oznaczania

Odważyć około 5 g próbki z niepewnością 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 50 cm³ alkoholu i wstrząsać w ciągu 5 minut. Następnie zawartość kolby dopełnić alkoholem do kreski, wymieszać i przesączyć przez suchy, twardy sączeł do suchego naczynia, odrzucając pierwsze 5÷10 cm³ przesącza. Przesącz powinien być klarowny. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ odmierzyć 40,0 cm³ przesącza, dodać 2÷3 krople mieszaniny wskaźników i miareczkować roztworem wodorotlenku sodu do zmiany barwy roztworu z fioletowoczerwonej na szarozieloną.

Miareczkowanie należy przeprowadzić ostrożnie dodając roztwór wodorotlenku sodu po kropli i stale mieszając. Podczas miareczkowania nie wolno dopuścić do strącenia się osadu wodorotlenku żelaza(II).

Zawartość wolnego kwasu siarkowego obliczyć w procentach według wzoru:

$$H_2SO_4[\%] = \frac{V \cdot K \cdot 0,0049 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 40} = \frac{V \cdot K \cdot 1,225}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu wodorotlenku sodu zużytego do miareczkowania, cm³;

K – współczynnik molarności roztworu wodorotlenku sodu;

m – masa odważki próbki, g;

0,0049 - ilość kwasu siarkowego równoważna 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodu o c(NaOH) = 0,1000 mol/dm³, g.

5.5.3.4. Wynik końcowy oznaczania

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.5.4 Oznaczanie pH 10% wodnego roztworu

5.5.4.1. Zasada metody

Metoda polega na pomiarze siły elektromotorycznej z zastosowaniem elektrody szklanej.

5.5.4.2 Aparatura i odczynniki

- a) pH-metr z elektrodą szklaną;
- b) waga analityczna z rozdzielczością $d = 0,1 \text{ mg}$;
- c) standardy buforowe o $\text{pH} = 7$ i $\text{pH} = 4$;
- d) mieszadło magnetyczne;

5.5.4.2. Wykonanie oznaczania

Do zlewki pojemności 150 cm^3 odważyć 10 g dobrze uśrednionej próbki i dodać 90 cm^3 wody. Całość mieszać mieszadłem około 15 minut. Po opadnięciu ewentualnej zawiesiny, włożyć uprzednio wykalibrowaną elektrodę i odczytać wartość pH.

5.5.5 Oznaczanie zawartości magnezu i wapnia metodą atomowej spektrometrii emisyjnej

5.5.5.1. Zasada metody

Emitowane promieniowanie magnezu – wzbudzone w płazmie o wysokiej częstotliwości – przechodzi przez układ optyczny, gdzie ulega rozszczepieniu, a jego intensywność jest rejestrowana za pomocą detektora. Sygnały pochodzące z detektora są przetwarzane przez komputer i wyświetlane na monitorze.

5.5.5.2. Odczynniki i aparatura

- a) spektrometr emisyjny z plazmą indukcyjnie sprzężoną;
- b) podstawowe roztwory wzorcowe pierwiastków - Ca, Mg, każdy o stężeniu 1000 mg/dm^3 , z których wykonuje się dwa zestawy roboczych roztworów wzorcowych:
 - $c(\text{Ca}) = 0,1 \text{ mg/dm}^3$ i $c(\text{Mg}) = 0,5 \text{ mg/dm}^3$,
 - $c(\text{Ca}) = 0,3 \text{ mg/dm}^3$ i $c(\text{Mg}) = 2,0 \text{ mg/dm}^3$;
- c) ślepa próba odczynnikowa;
- d) waga analityczna z rozdzielczością $d = 0,1 \text{ mg}$;
- e) elektryczna płyta grzejna;
- f) roztwór kwasu chlorowodorowego (1+1);
- g) woda destylowana.

5.5.5.3. Wykonanie oznaczania

Do zlewki pojemności 250 cm^3 odważyć około 1 g dobrze uśrednionej próby siarczanu żelaza(II), dodać ok. 50 cm^3 wody i 30 cm^3 roztworu kwasu chlorowodorowego. Zawartość zlewki rozpuścić na gorąco. Po ostudzeniu roztwór przenieść ilościowo do kolby miarowej pojemności 250 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Do drugiej kolby miarowej pojemności 250 cm^3 pobrać pipetą 10 cm^3 przygotowanego roztworu, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Do oznaczeń magnezu i wapnia pobrać pipetą 5 cm^3 przygotowanego roztworu do kolby miarowej pojemności 500 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Zmierzyć zawartość pierwiastków bezpośrednio w przygotowanych roztworach, stosując metodę krzywej wzorcowej.

W oznaczaniu pierwiastków śladowych interferencje spektralne mogą być powodem niedokładności, a nawet błędnych wyników oznaczeń. Wtedy, jeżeli jest to możliwe, należy wybrać inną długość fali dla oznaczanego pierwiastka lub zastosować technikę korekcji wieloczynnikowego dopasowania spektralnego.

W tablicy 4 zestawiono zalecane długości fal do oznaczania poszczególnych pierwiastków.

Tablica 4

Pierwiastek	Długość fali, nm
Mg	279,079; 279,553; 285,213
Ca	315,887; 317,933; 393,336

Przed rozpoczęciem właściwych pomiarów, powtórnie przeanalizować wzorzec, traktując go jak próbkę i upewnić się, czy wartość stężenia nie odbiega od rzeczywistej więcej niż 2%. Przed wprowadzeniem próbki, układ przepłukać roztworem ślepej próby odczynnikowej.

5.5.5.4. Wynik końcowy oznaczania związków magnezu i wapnia w przeliczeniu na $MgSO_4 \cdot H_2O$ oraz $CaSO_4 \cdot 2H_2O$

Zawartość $MgSO_4 \cdot H_2O$ w % obliczyć według wzoru:

$$MgSO_4 \cdot H_2O[\%] = \%Mg \cdot 5,69$$

Zawartość $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ w % obliczyć według wzoru:

$$CaSO_4 \cdot 2H_2O[\%] = \%Ca \cdot 4,30$$

5.5.6 Oznaczanie zawartości TiO_2 metodą spektrofotometryczną

5.5.6.1. Zasada metody

Metoda polega na utworzeniu w środowisku kwaśnym żółtego kompleksu jonów tytanowych z nadtlenkiem wodoru.

5.5.6.2. Odczynniki i roztwory

- spektrofotometr i kuweta o grubości 1 cm;
- nadtlenek wodoru H_2O_2 , roztwór 3%;
- kwas siarkowy(VI) H_2SO_4 , roztwór (1+1);
- kwas siarkowy(VI) stężony H_2SO_4 , $d=1,84$;
- kwas siarkowy(VI) H_2SO_4 , roztwór 20%;
- kwas fosforowy(V) stężony H_3PO_4 , $d=1,71$;
- roztwór wzorcowy tytanu o stężeniu $1\text{cm}^3 = 0,1\text{ mg Ti}$:

10 cm^3 podstawowego roztworu wzorcowego, o stężeniu $1\text{ cm}^3 = 1\text{ mg Ti}$, rozcieńczyć 20% roztworem kwasu siarkowego(VI) w kolbce miarowej pojemności 100 cm^3 .

5.5.6.3. Wykreślenie krzywej wzorcowej

Do kolbek miarowych pojemności 50 cm^3 odmierzyć kolejno, biuretą 3; 5; 7; 10 i 12 cm^3 roztworu wzorcowego. Zawartość kolbek rozcieńczyć wodą do objętości 25 cm^3 , dodać 5 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI) (1+1), 1 cm^3 stężonego kwasu fosforowego(V) i 5 cm^3 roztworu nadtlenku wodoru. Całość dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zmierzyć absorbancję barwnych roztworów przy długości fali 410 nm, stosując wodę jako odnośnik. Na podstawie uzyskanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

5.5.6.4. Wykonanie oznaczania

Do zlewki pojemności 250 cm³ odważyć ok. 5 g próby, dodać 50 cm³ wody i 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego(VI) (1+1). Zawartość zlewki rozpuścić na gorąco. Po ostudzeniu przenieść ilościowo do kolby miarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Do kolbki miarowej pojemności 50 cm³ pobrać pipetą 25 cm³ roztworu, dodać 5 cm³ kwasu siarkowego(VI) (1+1), 1 cm³ kwasu fosforowego(V), 5 cm³ roztworu nadtlenu wodoru i dopełnić wodą do kreski. Równolegle przygotować ślepą próbę odczynnikową. Zmierzyć absorbancję barwnych roztworów przy długości fali 410 nm.

Zawartość TiO₂ obliczyć według wzoru:

$$TiO_2 (\%) = \frac{a \cdot 250 \cdot 1,67 \cdot 100}{g \cdot 25 \cdot 1000} = \frac{a}{g} \cdot 1,67$$

a - zawartość Ti odczytana z krzywej wzorcowej, mg;

g - odważka siarczana żelaza(II), g;

1,67 - przelicznik Ti na TiO₂.

5.5.7 Oznaczanie gęstości nasypowej

5.5.7.1. Wykonanie badania i obliczanie wyników

Zważyć na wadze technicznej cylinder pomiarowy z dokładnością do 0,5 g. Do cylindra nasypać 250 cm³ materiału (uprzednio przesianego przez sito o średnicy wielkości oczka 500 μm), tak aby nie utworzyły się pęcherzyki powietrza i równomiernie rozłożyć próbę na przekroju cylindra, po czym zważyć cylinder z dokładnością do 0,5 g.

Gęstość nasypową bez ubicia obliczyć z równania:

$$\rho_b = \frac{m_1 - m_0}{V_0}$$

Następnie cylinder z materiałem umieścić w uchwycie wolumetru i wstrząsać do momentu, aż krzywka wykona 1 250 obrotów; odczytać objętość pigmentu z dokładnością do 1 cm³. Kontynuować utrząsanie próbki etapami, po 1 250 obrotów każdy, odczytując po każdym etapie objętość pigmentu, aż do momentu kiedy różnica odczytanej objętości pomiędzy kolejnymi etapami będzie mniejsza niż 2 cm³. Ostatnią odczytaną wartość przyjąć jako objętość badanego pigmentu. Badanie wykonać dwukrotnie.

Jeżeli różnica pomiędzy dwoma oznaczeniami będzie większa niż 10 cm³ badanie należy powtórzyć ponownie.

Gęstość nasypową z ubiciem obliczyć z równania:

$$\rho_u = \frac{m_1 - m_0}{V_1}$$

gdzie:

ρ_b - gęstość nasypowa bez ubicia [g/cm³]

ρ_u - gęstość nasypowa z ubiciem [g/cm³]

m_0 - masa pustego cylindra w g;

m_1 - masa cylindra wraz z pigmentem w g;
 V_0 - objętość pigmentu przed ubiciem w cm^3 ;
 V_1 - objętość pigmentu po ubijaniu w cm^3 ;

Jako wynik należy wziąć średnią z dwóch oznaczeń zaokrągloną do $0,01 \text{ cm}^3/\text{g}$.

5.5.8 Oznaczanie pozostałości na sicie

5.5.8.1. Wykonanie badania

Czyste i suche sito $0,125 \text{ mm}$ ułożyć na denku, tak aby obudowy sit przylegały do siebie. Odważyć próbkę 100 g z dokładnością do $0,01 \text{ g}$ i na górne sito przenieść bez strat odważony materiał. Wierzchnie sito przykryć pokrywą i uruchomić wstrząsarkę na okres 3 minut . W przypadku obklejonych materiałem ścianek sita wspomóc proces przesiewania pędzlem. Po zakończeniu przesiewania przenieść ilościowo materiał z sit na uprzednio wyczyszczone i zważone pojemniki, a następnie zważyć je wraz z zawartością z dokładnością do $0,01 \text{ g}$.

5.5.8.2. Obliczanie wyników

Odsiew lub przesiew materiału (X_1) obliczyć w procentach według wzoru:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 – masa odsiewu lub przesiewu, g

m – masa próbki, g.

5.5.9 Oznaczanie wilgotności w temperaturze 105°C

5.5.9.1. Wykonanie badania

Odkryte naczynko wagowe wraz z pokrywką ogrzewać w suszarce w temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 2 h , następnie naczynko wraz z korkiem przenieść do eksykatora i ochłodzić. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej, zamknąć naczynko przykrywką i zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$.

Ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej odważyć z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ około $10 \pm 1 \text{ g}$ badanego materiału i umieścić go w wysuszonym uprzednio do stałej masy naczynku, tak aby warstwa pigmentu była jednakowej grubości i nie przekraczała jednej trzeciej wysokości naczynka. Jeżeli grubość warstwy materiału jest za wysoka, należy odpowiednio zmniejszyć naważkę. Naczynko z próbą zamknąć przykrywką i zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$.

Następnie zdjąć przykrywkę i umieścić ją wraz z naczynkiem w suszarce o temperaturze $105 \pm 2^\circ\text{C}$, na co najmniej 1 h . Po wysuszeniu naczynko zamknąć przykrywką, ochłodzić w eksykatorze i całość zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$. Ponownie ogrzewać otwarte naczynko wraz z przykrywką w suszarce co najmniej $0,5 \text{ h}$, a po upływie tego czasu, naczynko zamknąć przykrywką, ochłodzić w eksykatorze i całość ponownie zważyć na wadze analitycznej z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$.

Czynności suszenia i ważenia powtarzać tyle razy, aż w dwóch kolejnych ważeniach różnica będzie nie większa niż 5 mg .

5.5.9.2. Obliczanie wyników

Zawartość substancji lotnych w temperaturze 105°C (X_2) wyrażoną w procentach masowych obliczyć wg wzoru:

$$X_2 = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \cdot 100$$

gdzie:

m_0 - masa badanego materiału przed wysuszeniem, g

m_1 - masa badanego materiału po wysuszeniu, g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 10% wyniku większego.

Wynik należy podać z dokładnością do 0,1%. Wynik między 0 a 0,1% należy podać jako "mniej niż 0,1%".

5.6 Zasady zapisywania wyników

Wyniki pomiaru (obliczenia) zaokrąglić do takiej samej liczby znaków, jaką ma liczba wyrażająca wymaganie według punktu 3.2. Na podstawie porównania tak zaokrąglonej liczby wyrażającej wynik pomiaru (obliczenia) z liczbą określającą wymaganie wnioskuje się o zgodności lub niezgodności wyniku z wymaganiem.

5.7 Ocena wyników badań

Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami WTO, jeśli wyniki próbki pobranej według punktu 5.3, odpowiadają wymaganiom podanym w punkcie 3.

5.8 Zaświadczenie producenta o wynikach badań

Producent jest zobowiązany przedstawić zaświadczenie zgodności każdej partii produktu z wymaganiami WTO określonymi w punkcie 3.2 tablica 1 lub z odrębnymi wymaganiami kontraktowymi.

KONIEC