

 Grupa Azoty Zakłady Chemiczne „Police” S.A.	NORMA ZAKŁADOWA	ZN-ZChP 435:2016 zamiast ZN-ZChP 435:2007	
	Pigmenty nieorganiczne TYTANPOL® BIEL TYTANOWA	Data:	
		sporządzenia	aktualizacji
	25.07.2016	-	

1. PRZEDMIOT NORMY

Przedmiotem normy jest biel tytanowa - pigment nieorganiczny, którego głównym składnikiem jest ditlenek tytanu.

2. ZAKRES STOSOWANIA

Norma odnosi się do bieli tytanowej stosowanej jako pigment w przemyśle farb i lakierów, tworzyw sztucznych, papierniczym, gumowym, cementowym, ceramicznym, itp.

3. NORMY ZWIĄZANE

PN-EN ISO 15528:2013-10 Farby, lakiery oraz surowce do farb i lakierów. Pobieranie próbek

PN-EN ISO 591-1:2002 Pigmenty ditlenku tytanu do farb. Część 1: Wymagania i metody badań

PN-EN ISO 787-2:2000 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Oznaczanie substancji lotnych w temperaturze 105°C

PN-EN ISO 787-3:2002 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Część 3: Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie. Metoda ekstrakcji na gorąco

PN-EN ISO 787-5:1999 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Oznaczanie liczby olejowej

PN-EN ISO 787-9:2000 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Oznaczanie wartości pH wodnej zawiesiny

PN-EN ISO 787-14:2003 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Część 14: Oznaczanie rezystywności wodnego ekstraktu

PN-EN ISO 787-18:1999 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Oznaczanie pozostałości na sicie. Metoda mechanicznego wyłukiwania

PN-EN ISO 787-24:1999 Ogólne metody badań pigmentów i wypełniaczy. Oznaczanie względnej mocy barwiącej barwnych pigmentów i względnej zdolności rozpraszania białych pigmentów. Metody fotometryczne

PN-EN 27965-1:1994 Opakowania . Worki. Badania odporności na uderzenia przy swobodnym spadku. Worki papierowe

PN-EN ISO 780:2016-03 Opakowania. Opakowania transportowe. Symbole graficzne stosowane na opakowaniach, przy ich przemieszczaniu i magazynowaniu

PN-EN 13698-1:2005 Wymagania dotyczące palet. Część 1: Wymagania produkcyjne dotyczące palet płaskich drewnianych o wymiarach 800 mm x 1200 mm

PN-EN 13698-2:2009 Wymagania dotyczące palet. Część 2: Wymagania produkcyjne dotyczące palet płaskich drewnianych o wymiarach 1000 mm x 1200 mm

4. PODZIAŁ I OZNACZENIE

4.1 Podział

4.1.1 Odmiany

W zależności od struktury krystalograficznej rozróżnia się dwie odmiany ditlenku tytanu w bieli tytanowej:

A: odmiana anatazowa

R: odmiana rutyłowa

4.1.2 Gatunki

W zależności od odmiany i zawartości ditlenku tytanu pigmenty tytanu dzieli się na następujące gatunki:

	A (odmiana anatazowa)		R (odmiana rutyłowa)		
Gatunek	A1	A2	R1	R2	R3

4.2 Klasyfikacja bieli tytanowej TYTANPOL®

TYTANPOL®	A-11	R-001	R-002	R-003	R-210	R-211	R-220	R-213	R-310	RS
Odmiana	A	R	R	R	R	R	R	R	R	R
Gatunek	A1	R2	R2	R2	R2	R2	R2	R3	R3	R1

4.3 Przykład oznaczenia bieli tytanowej TYTANPOL® gatunku R2

BIEL TYTANOWA (R2)

TYTANPOL® R-001

5. WYMAGANE WŁAŚCIWOŚCI

5.1. Wygląd

Materiał powinien mieć postać miękkiego, suchego, białego proszku; ugniatany szpachelką powinien łatwo ulegać rozdrabnianiu bez działania rozcierającego.

5.2. Wymagania chemiczne i fizyczne

Wymagania podstawowe podano w tablicy 1, a wymagania warunkowe w tablicy 2. Wymagania warunkowe powinny być określone i uzgodnione przez zainteresowane strony.

Wymagania dotyczące substancji lotnych w temperaturze 105°C po kondycjonowaniu, podane w tablicy 2, należy stosować tylko wówczas, gdy właściwość ta jest wymieniona przez zainteresowane strony lub w kontrakcie.

Uzgodniony pigment wzorcowy, wskazany w tablicy 2, powinien spełniać wymagania wg tablicy 1.

5.2.1. Wymagania podstawowe

Tablica 1

Właściwość	Wymaganie w zależności od odmiany i gatunku					Metoda badania
	Odmiana A		Odmiana R			
	A1	A2	R1	R2	R3	
Zawartość ditlenku tytanu, % (m/m), min.	98	92	97	90	80	PN-EN ISO 591-1:2002
Substancje lotne w $t=105^{\circ}\text{C}$ w momencie odbioru, % (m/m), maks.	0,5	0,8	0,5	Do uzgodnienia między zainteresowanymi stronami		Pkt.7.6.2. Normy
Substancje rozpuszczalne w wodzie, % (m/m), maks.	0,6	0,5	0,6	0,5	0,7	PN-EN ISO 787-3:2002*
Pozostałość na sicie o boku oczka ($45\mu\text{m}$), % (m/m), maks.	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	PN-EN ISO 787-18:1999
* Jeśli to konieczne, można zastosować koagulant.						

5.2.2. Wymagania warunkowe

Tablica 2

Właściwość	Wymaganie w zależności od odmiany i gatunku					Metoda badania
	Odmiana A		Odmiana R			
	A1	A2	R1	R2	R3	
Barwa 1. Porównanie jasności i odcienia w paśmie białej 2. Porównanie zdolności rozjaśniania i odcienia w paśmie szarej	Podobna do barwy uzgodnionego pigmentu wzorcowego					Punkt 7.6.1 Normy
Zdolność rozpraszania	Do uzgodnienia między zainteresowanymi stronami					PN-EN ISO 787-24:1999
Substancje lotne w temperaturze 105°C przy kondycjonowaniu przez 24 h w temp. $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ i przy wilgotności względnej $50 \pm 5\%$, % (m/m), maks.	0,5	0,8	0,5	1,5	2,5	PN-EN ISO 787-2:2000
pH zawiesiny wodnej	Podobne do wartości uzgodnionego pigmentu wzorcowego					PN-EN ISO 787-9:2000
Liczba olejowa						PN-EN ISO 787-5:1999
Rezystywność wodnego ekstraktu	-	Podobna do uzgodnionego pigmentu wzorcowego	-	Podobna do uzgodnionego pigmentu wzorcowego		PN-EN ISO 787-14:2003

6. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

6.1. Pakowanie

Biel tytanową należy pakować w ilości po $25 \pm 0,125$ kg do wentylowych worków papierowych zgodnych z PN-EN 27965-1:1994 lub w ilości $500 \pm 2,5$ kg lub 1000 ± 5 kg do odpowiednich pojemników elastycznych (tzw. big-bag). Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę i/lub znak wytwórcy;
- b) oznaczenie według 4.3;
- c) masę netto;
- d) numer partii magazynowej;
- e) datę produkcji (o ile nie jest zawarta w numerze partii magazynowej).

Miejsce umieszczania napisów według PN-EN ISO 780:2016-03

W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe o maksymalnej wadze 1000 kg należy formować na paletach 800×1200 mm według PN-EN 13698-1:2005, paletach 1000×1200 mm według PN-EN 13698-2:2009 lub innych uzgodnionych z odbiorcą.

Liczba warstw worków ułożonych płasko na palecie, różna w zależności od rozmiaru palety, nie powinna przekraczać jedenastu. Ładunek na palecie powinien być obciążony folią tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową.

Dopuszcza się inny rodzaj pakowania i znakowania po pisemnym uzgodnieniu między odbiorcą a producentem, jeżeli zapewni ono zachowanie jakości produktu, w co najmniej równie skuteczny sposób.

6.2. Przechowywanie

Biel tytanową należy przechowywać w oryginalnych, nieuszkodzonych opakowaniach według 6.1, w pomieszczeniach krytych i suchych. Liczba warstw składowanych worków ułożonych płasko w stosie nie powinna przekraczać dwudziestu czterech. W przypadku przechowywania produktu w jednostkach ładunkowych uformowanych na paletach dopuszcza się piętrzenie, co najwyżej, 3 palet.

Dopuszcza się przechowywanie pigmentu luzem po pisemnym uzgodnieniu między odbiorcą a producentem, o ile warunki przechowywania zapewnią zachowanie jakości produktu, w co najmniej równie skuteczny sposób jak opakowania według 6.1.

6.3. Transport

Biel tytanową zapakowaną i oznakowaną według 6.1 należy przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami. Liczba warstw ładowania worków ułożonych płasko w stosie nie powinna przekraczać dwudziestu czterech. W przypadku transportowania produktu w jednostkach ładunkowych uformowanych na paletach dopuszcza się piętrzenie, co najwyżej, do 2 warstw.

Dopuszcza się transport luzem środkami transportu przeznaczonymi do przewozu towarów pylistych (np. typu cementowóz) po pisemnym uzgodnieniu między odbiorcą a producentem, o ile warunki transportu zapewnią zachowanie jakości produktu, w co najmniej równie skuteczny sposób jak opakowania według 6.1.

6.4. Własności użytkowe

Biel tytanowa TYTANPOL® jest produktem trwałym i odpornym chemicznie.

W przypadku właściwego przechowywania i transportu zgodnego z niniejszą normą pigment nie zmienia swoich własności użytkowych.

7. BADANIA

7.1. Program badań

O ile kontrakt pomiędzy producentem a odbiorcą nie stanowi inaczej, produkt podlega badaniom niepełnym lub pełnym na zgodność z wymaganiami podanymi w rozdziale 5. Program badań pełnych i niepełnych przedstawiono w tablicy 3.

Tablica 3

Rodzaj badania	Badanie niepełne	Badanie pełne
Oględziny zewnętrzne	+	+
Oznaczanie zawartości ditlenku tytanu	+	+
Oznaczanie zawartości substancji lotnych w temperaturze 105 °C	+	+
Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie	-	+
Oznaczanie pozostałości na sicie (o oczku 45 µm)	+	+
Barwa:		
1. Porównanie jasności i odcienia w paście białej	+	+
2. Porównanie zdolności rozjaśniania i odcienia w paście szarej	+	+
Porównanie zdolności rozpraszania	-	+
Oznaczanie zawartości substancji lotnych w temperaturze 105 °C po 24 h kondycjonowania w (23±2) °C i wilgotności względnej (50±5) %	-	+
Oznaczanie pH zawiesiny wodnej	+	+
Oznaczanie liczby olejowej	+	+
Oznaczanie rezystywności ekstraktu wodnego	+	+
Badania pełne przeprowadza się wyłącznie na życzenie odbiorcy.		
Badania niepełne przeprowadza się dla każdej partii produktu określonej wg punktu 7.2.		

7.2. Wielkość partii

Partię produktu stanowi ilość pigmentu danej odmiany i gatunku pochodząca z jednej partii magazynowej.

7.3. Pobieranie próbek

Pobieranie próbek z poszczególnych partii należy przeprowadzać zgodnie z normą PN-EN ISO 15528:2013-10

7.4. Przygotowanie próbki do badań

Próbki należy przygotowywać zgodnie z wymaganiami poszczególnych badań, jeśli wymagania takie są określone.

7.5. Czystość odczynników

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

7.6. Opis badań

Poza oznaczaniem barwy i wilgotności wszystkie badania wykonywane są zgodnie z metodykami podanymi w cytowanych normach (patrz tablica 1 i 2).

7.6.1. Barwa

Zasada metody polega na spektrofotometrycznym lub kolorymetrycznym pomiarze składowych trójchromatycznych X,Y,Z wymalowań pasty białej i określeniu na ich podstawie jasności i odcienia oraz na analogicznym pomiarze składowych trójchromatycznych X,Y,Z wymalowań pasty szarej i określeniu zdolności rozjaśniania i odcienia.

7.6.1.1. Określenie jasności i odcienia barwy w paście białej

7.6.1.1.1 Aparatura i materiały

- a) Spektrofotometr dla zakresu długości fal $400 \div 700$ nm o optyce pomiarowej d/0 lub kolorymetr trójchromatyczny o optyce pomiarowej 45/0.
- b) Trójwalcarka laboratoryjna.
- c) Automatyczny ucierak.
- d) Waga techniczna o dokładności 0,01 g.
- e) Grindometr o przedziale pomiarowym $0 \div 100$ μm .
- f) Aplikator umożliwiający naniesienie warstwy o grubości 150 μm .
- g) Szpachelka lub łopatką ze stali nierdzewnej lub plastyku.
- h) Strzykawka lekarska o objętości 5 cm^3 .
- i) Białe karty typu „Morest”.
- j) Olej lniano-tungowy (20% m/m oleju tungowego), np. typu 04/6, o czasie wypływu (lepkość umowna) - $550 \div 650$ s mierzonym za pomocą kubka Forda o średnicy otworu wypływowego 4 mm.
- k) Krzemionka koloidalna Aerosil 130.
- l) Pigment wzorcowy odmiany rutyłowej lub anatazowej, o znanej wartości jasności i odcienia, stosownie do odmiany badanej próby.

7.6.1.1.2 Przygotowanie pasty wstępnej

Odważyć 950 g oleju lniano-tungowego i 50 g krzemionki Aerosil 130, wymieszać ręcznie za pomocą szpachelki i przepuszczać przez trójwalcarkę do uzyskania rozdrobnienia poniżej 10 μm , zmierzonego przy użyciu grindometru. Przygotowaną pastę umieścić w szczelnym pojemniku.

7.6.1.1.3 Przygotowanie pasty białej

Odważyć z dokładnością do 0,01 g, 3 g wzorcowego pigmentu rutyłowego lub 2,8 g wzorcowego pigmentu anatazowego. Odmierzyć za pomocą strzykawki 2,8 ml pasty wstępnej, umieścić ją na dolnym talerzu ucieraka i wymieszać łyżką z odważką wzorcowego pigmentu. Opuścić górną tarczę ucieraka i ucierać mieszaninę pod obciążeniem 0,02 MPa w dwóch etapach po 25 obrotów. Po każdym etapie, należy zebrać pastę łyżką i rozprowadzić na powierzchni kolistej o średnicy około 50 mm na dolnej tarczy, a łyżkę oczyścić o tarczę górną.

W ten sam sposób przygotować pastę białą dla pigmentu badanego.

7.6.1.1.4 Wykonane pomiarów

Utartą pastę białą dla pigmentu wzorcowego nanieść przy użyciu aplikatora na białą kartę typu „Morest” i bezpośrednio po nałożeniu zmierzyć składowe trójchromatyczne X,Y,Z za pomocą spektrofotometru lub kolorymetru trójchromatycznego. Wykonanie pomiaru powtórzyć przygotowując ponownie białą pastę. W przypadku stwierdzenia różnic pomiędzy pomiarami w odpowiednich wartościach składowych trójchromatycznych X,Y,Z, przekraczających 0,2 proces przygotowania białej pasty i wykonania pomiaru należy powtórzyć.

W ten sam sposób należy wykonać pomiar dla pigmentu badanego.

7.6.1.1.5 Obliczanie wyników

7.6.1.1.5.1 Obliczanie jasności

Jasność barwy badanego pigmentu J_p obliczyć wg wzoru:

$$J_p = J_w + (Y_p - Y_w) \quad (1)$$

w którym:

J_w - znana wartość jasności dla pigmentu wzorcowego,

Y_p - wartość średnia składowej trójchromatycznej Y dla pigmentu badanego,

Y_w - wartość średnia składowej trójchromatycznej Y dla pigmentu wzorcowego.

Wynik zaokrąglić z dokładnością do 0,1.

7.6.1.1.5.2 Obliczanie odcienia barwy w paście białej

Odcień barwy w paście białej badanego pigmentu O_p obliczyć wg wzoru:

$$O_p = O_w + (Z_p - X_p) - (Z_w - X_w) \quad (2)$$

w którym:

O_w - znana wartość odcienia dla pigmentu wzorcowego,

X_p, Z_p - wartość średnia składowej trójchromatycznej X, Z dla pigmentu badanego,

X_w, Z_w - wartość średnia składowej trójchromatycznej X, Z dla pigmentu wzorcowego.

Wynik zaokrąglić z dokładnością do 0,1.

7.6.1.2. Określenie zdolności rozjaśniania i odcienia barwy w paście szarej

7.6.1.2.1. Aparatura i materiały

- a) Spektrofotometr dla zakresu długości fal 400 ÷ 700 nm o optyce pomiarowej d/0
- b) lub kolorymetr trójchromatyczny o optyce pomiarowej 45/0.
- c) Trójwałcarka laboratoryjna.
- d) Automatyczny ucierak.
- e) Waga techniczna o dokładności 0,01 g.
- f) Grindometr o przedziale pomiarowym 0 ÷ 100 µm.
- g) Aplikator umożliwiający naniesienie warstwy o grubości 40 µm.
- h) Szpachelka lub łopatka ze stali nierdzewnej lub plastyku.
- i) Białe karty typu „Morest”.
- j) Olej lniano-tungowy (20% m/m oleju tungowego), np. typu 04/6, o czasie wyptywu (lepkość umowna) - 550 ÷ 650 s mierzonym za pomocą kubka Forda o średnicy otworu wyptywowego 4 mm.
- k) Krzemionka koloidalna Aerosil 130.
- l) Sadza.
- m) Pigment wzorcowy odmiany rutyłowej lub anatazowej, o znanej zdolności rozjaśniania i odcienia w paście szarej, stosownie do odmiany badanej próby.

7.6.1.2.2. Przygotowanie pasty wstępnej

Odważyć 414 g oleju lniano-tungowego i 586 g sadzy, wymieszać ręcznie za pomocą szpachelki i przepuszczać przez trójwałcarkę do uzyskania rozdrobnienia poniżej 10 µm, zmierzonego przy użyciu grindometru. Przygotowaną pastę umieścić w szczelnym pojemniku.

7.6.1.2.3. Przygotowanie pasty czarnej

Odważyć 58 g pasty wstępnej otrzymanej według 7.6.1.2.2 oraz 892 g oleju lniano-tungowego i 50 g krzemionki koloidalnej, wymieszać ręcznie za pomocą szpachelki i przepuszczać przez trójwałcarkę do uzyskania rozdrobnienia poniżej 10 µm, zmierzonego przy użyciu grindometru. Przygotowaną pastę umieścić w szczelnym pojemniku.

7.6.1.2.4. Przygotowanie pasty szarej

Odważyć z dokładnością do 0,01 g, 3 g wzorcowego pigmentu rutyłowego lub 2,8 g wzorcowego pigmentu anatazowego. Odważyć 3 g pasty czarnej otrzymanej według 7.6.1.2.3, umieścić ją na dolnym talerzu ucieraka i wymieszać łopatką z odważką wzorcowego pigmentu. Opuścić górną tarczę ucieraka i ucierać mieszaninę pod obciążeniem 0,02 MPa w dwóch etapach po 25 obrotów. Po każdym etapie, należy zebrać pastę łopatką i rozprowadzić na powierzchni kolistej o średnicy około 50 mm na dolnej tarczy, a łopatkę oczyścić o tarczę górną. W ten sam sposób przygotować pastę szarą dla pigmentu badanego.

7.6.1.2.5. Wykonanie pomiarów

Utartą pastę szarą dla pigmentu wzorcowego nanieść przy użyciu aplikatora na białą kartę typu „Morest” i bezpośrednio po nałożeniu zmierzyć składowe trójchromatyczne X,Y,Z za pomocą spektrofotometru lub kolorymetru trójchromatycznego. Wykonanie pomiaru powtórzyć przygotowując ponownie szarą pastę. W przypadku stwierdzenia różnic pomiędzy pomiarami w odpowiednich wartościach składowych trójchromatycznych X,Y,Z, przekraczających 0,2 proces przygotowania szarej pasty i wykonania pomiaru należy powtórzyć.

W ten sam sposób należy wykonać pomiar dla pigmentu badanego.

7.6.1.2.6. Obliczanie wyników

7.6.1.2.6.1. Obliczanie zdolności rozjaśniania

Zdolność rozjaśniania badanego pigmentu R_p obliczyć wg wzoru:

$$R_p = R_w + (Y_p - Y_w) \times 100 \quad (3)$$

w którym:

R_w - znana wartość zdolności rozjaśniania dla pigmentu wzorcowego,

Y_p - wartość średnia składowej trójchromatycznej Y dla pigmentu badanego,

Y_w - wartość średnia składowej trójchromatycznej Y dla pigmentu wzorcowego.

Wynik zaokrąglić z dokładnością do 10.

7.6.1.2.6.2. Obliczanie odcienia barwy w paście szarej

Odcień barwy w paście szarej badanego pigmentu O_p obliczyć wg wzoru:

$$O_p = O_w + (Z_p - X_p) - (Z_w - X_w) \quad (4)$$

w którym:

O_w - znana wartość odcienia dla pigmentu wzorcowego,

X_p, Z_p - wartość średnia składowej trójchromatycznej X, Z dla pigmentu badanego,

X_w, Z_w - wartość średnia składowej trójchromatycznej X, Z dla pigmentu wzorcowego.

Wynik zaokrąglić z dokładnością do 0,1.

7.6.2. Oznaczanie zawartości substancji lotnych w temp. 105°C

Niżej opisana metoda oznaczania zawartości substancji lotnych w 105°C pozwala na dokładny i bardzo szybki pomiar, co ma szczególne znaczenie przy obsłudze wysytek pigmentu luzem (w autocysternach).

W sytuacjach rozjemczych (arbitrażowych) do oznaczania zawartości substancji lotnych należy stosować metodę PN-EN ISO 787-2:2000.

7.6.2.1. Aparatura i materiały

- Analizator wilgoci (wago-suszarka) o dokładności 0,001 g z halogenowym modułem grzejnym (moc maks. 450 W)
- Tacka ze stali nierdzewnej, okrągła
- Szpatułka do nakładania próby

7.6.2.2. Wykonanie pomiaru

Pomiar zawartości substancji lotnych w wago-suszarce jest w pełni automatyczny. Próbkę materiału w ilości $5 \text{ g} \pm 0,7 \text{ g}$ nanieść na tackę wago-suszarki cienką równomierną warstwą. Zadać temperaturę suszenia 105°C i czas suszenia równy 20 min. Zamknąć uchwytem pokrywę wago-suszarki. Pomiar rozpocznie się natychmiast po jej zamknięciu. Po upływie 20 minut pomiar zostanie automatycznie zatrzymany. Odczytać wynik.

7.6.2.3. Wynik

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, jeżeli nie różnią się więcej niż o 10% wartości wyższej. Wynik należy podać z dokładnością do 0,1%.

7.7. Ocena wyników badań

Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeśli wyniki badań dla próbki pobranej według punktu 7.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdziale 5.

W przypadku obowiązywania odrębnego kontraktu pomiędzy producentem a odbiorcą ocenę wyników badań należy przeprowadzić na zgodność z wymaganiami kontraktowymi.

7.8. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań

Producent jest zobowiązany przedstawić zaświadczenie o zgodności każdej partii produktu z wymaganiami normy lub kontraktu.

KONIEC