wycof 11 12 97
N 2198
zast PN-C-84040 1997

UKD 661 833,42

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Azotyn sodowy techniczny	BN-73 6016-35 Grupa katalogowa X 14 [1])

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest azotyn sodowy techniczny otrzymywany przez absorpcję tlenków azotu w roztworze węglanu sodowego

Azotyn sodowy ma

a) wzór sumaryczny $NaNO_2$,

b) masę cząsteczkową 69,01 (1961)

1 2 Zakres stosowania przedmiotu normy Azotyn sodowy techniczny znajduje zastosowanie w przemysłach chemicznym, włókienniczym i innych

1 3 Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne Wytyczne pobierania i przygotowywania probek

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna Oznaczanie małych zawartosci metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i proby Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN/C-60010 Chemiczne badania i proby Przyrządy do pobierania probek Zgłębniki do produktow sypkich i w kawałkach

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

PN-68/O-97027 Opakowania transportowe Worki papierowe Szeregi wymiarowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe Worki papierowe

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2 1 Gatunki W zaleznosci od zawartosci głownego składnika i zanieczyszczen rozroznia się dwa gatunki azotynu sodowego technicznego oznaczone cyframi rzymskimi I i II

2 2 Przykład oznaczenia azotynu sodowego technicznego I gatunku

AZOTYN SODOWY TECHNICZNY I BN-73/6016-35

3 WYMAGANIA

3 1 Wymagania ogólne Azotyn sodowy techniczny powinien byc substancją drobnokrystaliczną koloru białego lub białego z odcieniem kremowym, łatwo rozpuszczalną w wodzie

3 2 Wymagania chemiczne — wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	I	II
a) Azotynu sodowego w przeliczeniu na suchą substancję, %, co najmniej	98 0	95
b) Wody, %, nie więcej niż	0 4	0 8
c) Azotanu sodowego, %, nie więcej niż [1])	1,3	3 0
d) Chlorku sodowego, %, nie więcej niż	0 15	0,3
e) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0 08	0 1
f) Metali ciężkich, strącanych siarkowodorem w przeliczeniu na Pb^{2+}, %, nie więcej niż [2])	0,01	nie normalizuje się

[1]) Zawartosc azotanu sodowego w gatunku I do celow barwnikarskich nie powinna przekraczac 1%

[2]) Zawartosc metali ciężkich oznacza się w przypadku, gdy odbiorcą są zakłady produkujące kaprolaktam

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4 1 Pakowanie Azotyn sodowy nalezy pakowac po 50 kg do otwartych szytych, pięciowar-

[1]) Symbol wg SWW 1222-413

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia"
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia" dnia 22 stycznia 1973 r jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 pazdziernika 1973 r (Dz Norm Miar nr 12/1973 poz 36)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1973 Wpływ do WN 31 01 73 Oddano do składu 24 05 73 Cena zł 3 60
Druk ukonczono we wrzesniu 1973 Obj 0 80 a w Nakład 2700+50 egz PZG w Pab zam 978-73

stwowych workow papierowych, z jedną warstwą powlekaną polietylenem, zgodnych z PN-70/P-79005, o wielkosci 4b wg PN-68/O-79027, zamykanych przez zszywanie wzmocnione tasmą z papieru krepowego

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania uzgodniony między dostawcą i odbiorcą, zabezpieczający jakosc produktu w tym samym stopniu co opakowanie podane poprzednio

Na kazdym opakowaniu nalezy umiescic trwały napis wykonany zgodnie z PN-67/O-79252, zawierający co najmniej

a) nazwę lub znak firmowy producenta,

b) oznaczenie wg 2 2,

c) datę produkcji,

d) nr partii,

e) masę brutto i netto,

f) znak niebezpieczenstwa dla materiałow trujących wg PN-67/O-79252 p 2 3 5

4 2 Przechowywanie Azotyn sodowy techniczny nalezy przechowywac w pomieszczeniach suchych, zabezpieczających przed zanieczyszczeniem i zawilgoceniem produktu

4 3 Transport Azotyn sodowy techniczny nalezy przewozic krytymi srodkami transportowymi z zachowaniem warunkow podanych w 4 2 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami o przewozie koleją i na drogach publicznych materiałow niebezpiecznych [1])

Wystające częsci konstrukcyjne srodka transportowego, jak sruby, haki, nalezy zabezpieczyc albo usunąc tak, aby nie spowodowały uszkodzenia opakowania Worki nalezy układac płasko w poprzek lub wzdłuz wagonu, scisle obok siebie na całej powierzchni srodka przewozowego, a ewentualne luki zabezpieczyc materiałem wysciołkowym lub w inny sposob tak, aby ładunek tworzył zwartą całosc zabezpieczoną przed przesuwaniem się i wzajemnym uszkodzeniem

5 BADANIA

5 1 Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartosci azotynu sodowego w przeliczeniu na suchą substancję (3 2a),

b) oznaczanie zawartosci wody (3 2b),

c) oznaczanie zawartosci azotanu sodowego (3 2c),

d) oznaczanie zawartosci chlorku sodowego (3 2d),

e) oznaczanie zawartosci substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3 2e),

f) oznaczanie zawartosci metali ciężkich strącanych siarkowodorem w przeliczeniu na Pb^{2+} (3 2f)

5 2 Wielkość i skład partii Partię produktu stanowi najwyzej 30 t azotynu sodowego technicznego tego samego gatunku

5 3 Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej nalezy wykonywac zgodnie z PN-67/C-04500

Z przedstawionej do badan partii wybrac w sposob losowy opakowania w liczbie podanej w tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowan w partii	Liczba opakowan, ktorą nalezy wybrac do pobrania probek
do 15	6
16— 25	9
26— 63	12
64—160	14
161—250	15
powyzej 250	16

Z kazdego wylosowanego opakowania nalezy pobrac zgłębnikiem 6 wg PN/C-60010, wprowadzając go co najmniej do $^3/_4$ głębokosci opakowania, po 2 probki pierwotne, kazdą o masie 100 g Pobrane probki pierwotne nalezy umiescic w szczelnie zamkniętym naczyniu i dokładnie wymieszac Z tak otrzymanej probki ogolnej nalezy pobrac srednią probkę laboratoryjną o masie co najmniej 1000 g Średnią probkę laboratoryjną nalezy podzielic na dwie rowne częsci, z ktorych jedną przeznaczyc do badan, a drugą umiescic w szczelnym naczyniu i przechowywac do analiz rozjemczych przez 2 miesiące od daty wysyłki

5 4 Opis badań

5 4 1 Oznaczanie zawartości azotynu sodowego w przeliczeniu na suchą substancję

5 4 1 1 Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,84) cz d a , roztwor 1+1

b) Nadmanganian potasowy cz d a , roztwor 0,2n

5 4 1 2 Wykonanie oznaczania Do kolby pomiarowej pojemnosci 500 cm^3 odwazyc około 5 g badanego azotynu sodowego z dokładnoscią do 0,001 g, rozpuscic w wodzie, dopełnic wodą do kreski i wymieszac Roztworem z kolby przepłukac dwukrotnie biuretę pojemnosci 50 cm^3, a następnie napełnic ją tym roztworem

[1]) Patrz Informacje dodatkowe p 3

Do szerokiej zlewki pojemnosci 600 cm³ odmierzyc z biurety 50 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego, dodac 25 cm³ roztworu kwasu siarkowego i rozcienczyc wodą do objętosci około 300 cm³ Roztwor w zlewce ogrzac do temperatury około 50°C i miareczkowac roztworem z biurety az do odbarwienia Koniec biurety powinien byc zanurzony do głębokosci przynajmniej 2 cm pod powierzchnią roztworu w zlewce Gdy roztwor przybierze barwę jasno rozową, nalezy miareczkowac bardzo ostroznie, poniewaz reakcja w tym okresie przebiega znacznie wolniej niz na początku miareczkowania W czasie miareczkowania nalezy kontrolowac temperaturę roztworu, ktora nie powinna byc nizsza niz 40°C

W czasie miareczkowania roztwor w zlewce nalezy stale mieszac za pomocą mieszadła magnetycznego

Zawartosc azotynu sodowego w przeliczeniu na suchą substancję (X_1) obliczyc w procentach wg wzoru (1)

$$X_1 = \frac{0\,0069 \quad V_1 \quad 500 \quad 100 \quad 100}{V \quad m\,(100 - X_2)} = \frac{345 \quad V_1}{V \quad m} \; \frac{100}{(100 - X_2)} \qquad (1)$$

w ktorym

V_1 — objętosc scisle 0,2n roztworu nadmanganianu potasowego odmierzonego do zlewki, cm³,

V — objętosc roztworu azotynu sodowego zuzytego do zmiareczkowania nadmanganianu potasowego, cm³,

m — odwazka azotynu sodowego, g,

X_2 — zawartosc wody obliczona wg wzoru (2),

0,0069 — ilosc azotynu sodowego odpowiadająca 1 cm³ scisle 0,2n roztworu nadmanganianu potasowego, g

5 4 1 3 Wynik Za wynik nalezy przyjąc srednią arytmetyczną wynikow co najmniej dwoch oznaczan rozniących się najwyzej o 0,3%

5 4 2 Oznaczanie zawartości wody Odwazyc około 5 g badanego azotynu sodowego z dokładnoscią do 0,001 g w uprzednio wysuszonym do stałej masy w temperaturze 105—110°C naczynku wagowym, a następnie suszyc w suszarce do temperatury 105—110°C do stałej masy

Zawartosc wody (X_2) obliczyc w procentach wg wzoru (2)

$$X_2 = \frac{m_1 \quad 100}{m} \qquad (2)$$

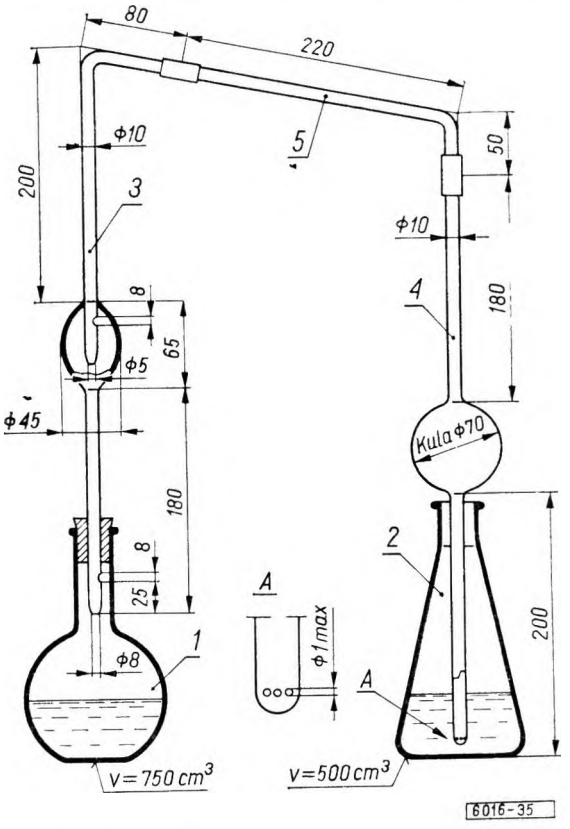
w ktorym

m_1 — ubytek masy po wysuszeniu, g,

m — odwazka azotynu sodowego, g

Za wynik nalezy przyjąc srednią arytmetyczną wynikow co najmniej dwoch oznaczan rozniących się najwyzej o 0,08%

5 4 3 Oznaczanie zawartości azotanu sodowego



5 4 3 1 Aparatura (wg rysunku) składająca się z

— kolby kulistej z dnem płaskim pojemnosci 750 cm³, z długą szyjką (*1*)

— kolby stozkowej pojemnosci 500 cm³ (*2*)

— nasadki destylacyjnej z łapaczem kropel (3)

— rurki szklanej odprowadzającej oddestylowany amoniak do odbieralnika (*4*)

Na zakonczeniu nasadki tkwiącej w odbieralniku znajdują się otworki o srednicy najwyzej 1 mm, rozmieszczone zgodnie z rysunkiem (szczegoł A)

— łącznika gumowego (*5*) łączącego rurkę (*4*) z nasadką destylacyjną (*3*)

5 4 3 2 Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,84) cz d a , roztwory 20-procentowy i 0,2n

b) Metanol cz

c) Stop Devardy (45 cz Al, 50 cz Cu, 5 cz Zn) sproszkowany

d) Wodorotlenek sodowy cz d a , roztwory 30-procentowy i 0,2n

e) Wskaznik mieszany 0,29 g czerwieni metylowej (sol sodowa) i 0,05 g błękitu metylenowego rozpuscic w 100 cm³ wody

5 4 3 3 Wykonanie oznaczania Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odważyć 30 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w wodzie, a następnie dopełnić wodą do kreski i wymieszać

Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć pipetą 20 cm³ otrzymanego roztworu, dodać 20 cm³ metanolu, a następnie pipetą dodawać kroplami 25 cm³ 20-procentowego roztworu kwasu siarkowego, stale mieszając Czynność tę wykonywać pod wyciągiem Reakcja wydzielania się estru metylowego powinna przebiegać energicznie, jednak gdy przebieg jest zbyt gwałtowny, należy zwolnić szybkość dodawania kwasu

Roztwór utrzymywać w stanie lekkiego wrzenia przez 5 min, spłukać ścianki kolby około 80 cm³ wody, wygotować roztwór pod wyciągiem do około ³/₄ początkowej objętości w celu odpędzania nadmiaru metanolu, ostudzić, a następnie spłukać ilościowo do kolby kulistej z dnem płaskim pojemności 750 cm³ Jest to kolba destylacyjna (*1*) Roztwór w kolbie rozcieńczyć wodą do objętości około 200 cm³, dodać 7—8 g stopu Devardy, wlać 70 cm³ 30-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, zamknąć natychmiast kolbę korkiem gumowym, w którym jest umieszczona nasadka destylacyjna z łapaczem kropel, łącząca kolbę z odbieralnikiem

Odbieralnikiem (*2*) jest kolba stożkowa pojemności 500 cm³ zawierająca 50 cm³ wody i 50 cm³ 0,2n kwasu siarkowego oraz 2 krople wskaźnika mieszanego

Nasadka łącząca odbieralnik z kolbą destylacyjną powinna być swobodnie umieszczona w odbieralniku, a jej zakończenie powinno dotykać dna

Po upływie 20—30 min, gdy reakcja samoczynnie dobiegnie do końca, należy odpędzić powstały amoniak, ogrzewając stopniowo zawartość kolby Destylować należy tak długo (45—60 min), aż w kolbie pozostanie około ¹/₃ pierwotnej objętości roztworu Przed zakończeniem destylacji odbieralnik obniżyć tak, aby koniec rurki nasadki znajdował się nad powierzchnią płynu w odbieralniku, następnie spłukać rurkę małą ilością wody i zgasić palnik

Po ostudzeniu odbieralnika odmiareczkować nadmiar kwasu siarkowego 0,2n roztworem wodorotlenku sodowego

Jednocześnie należy przeprowadzić próbę porównawczą z tymi samymi odczynnikami, destylując ścisle w tych samych warunkach

Zawartość azotanu sodowego (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru (3)

$$X_3 = \frac{(V_1 - V)\ 100\ 0{,}017\ 100}{20\ m} = \frac{(V_1 - V)\ 8\,5}{m} \qquad (3)$$

w którym

V — objętość ścisle 0,2n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania nadmiaru kwasu siarkowego w badanej próbce, cm³,

V_1 — objętość ścisle 0,2n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania nadmiaru kwasu siarkowego w próbie porównawczej, cm³

m — odważka azotynu sodowego, g,

0,017 — ilość azotanu sodowego odpowiadająca 1 cm³ 0,2n roztworu wodorotlenku sodowego, g

5 4 3 4 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczań różniących się najwyżej o 0,04%

5 4 4 Oznaczanie zawartości chlorku sodowego

5 4 4 1 Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra cz d a , roztwór 0,1n

b) Kwas azotowy cz d a (1,4), roztwór 1+1

c) Rodanek amonowy cz d a , roztwór 0,1n

d) Siarczan amonowo-żelazowy cz d a $NH_4Fe(SO_4)_2\ (2H_2O)$, roztwór nasycony w temperaturze pokojowej i zadany kwasem azotowym (1,4) do zmiany barwy z brunatnej na żółtą

5 4 4 2 Wykonanie oznaczania Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ odważyć 10 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 cm³ wody, dodać 10 cm³ roztworu azotanu srebra i zakwasić dodając powoli 15 cm³ kwasu azotowego w celu rozłożenia azotynu sodowego

Zakwaszenie należy przeprowadzić pod wyciągiem

Roztwór wygotować do objętości około 100 cm³ w celu usunięcia tlenków azotu, ostudzić do temperatury pokojowej, dodać 2—3 cm³ roztworu siarczanu amonowo-żelazowego i odmiareczkować szybko z biurety pojemności 10 cm³ nadmiar azotanu srebra roztworem rodanku amonowego do wystąpienia słabo brunatnoczerwonego zabarwienia

Zawartość chlorku sodowego (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru (4)

$$X_4 = \frac{(V_1 - V)\ 0{,}0058\ 100}{m} = \frac{0{,}58\,(V_1 - V)}{m} \qquad (4)$$

w którym

V — objętość ścisle 0,1n roztworu rodanku amonowego zużyta do odmiareczkowania nadmiaru roztworu azotanu srebra, cm³

V_1 — objętosc scisle 0,1n roztworu azotanu srebra dodanego do probki, cm^3
m — odwazka azotynu sodowego, g
0,0018 — ilosc chlorku sodowego odpowiadająca 1 cm^3 scisle 0,1n roztworu azotanu srebra, g

5 4 4 3 Wynik Za wynik nalezy przyjąc sredni arytmetyczną wynikow dwoch oznaczan rozniących się najwyzej o 0,04%

5 4 5 Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie Odwazyc 50 g badanego azotynu sodowego z dokładnoscią do 0,1 g rozpuscic w 300 cm^3 gorącej wody i postępowac dalej zgodnie z PN-54/C-04517

Za wynik nalezy przyjąc sredni arytmetyczną wynikow dwoch oznaczan rozniących się najwyzej o 0,02%

5 4 6 Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w przeliczeniu na Pb^{2+}

5 4 6 1 Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny stęzony cz d a
b) Metanol cz d a
c) Pozostałe odczynniki wg PN-68/C-04515

5 4 6 2 Wykonanie oznaczania Do kolby pomiarowej pojemnosci 100 cm^3 odwazyc 20 g badanego azotynu sodowego z dokładnoscią do 0,01 g, rozpuscic w wodzie, dopełnic wodą do kreski i wymieszac

Do zlewki pojemnosci 400 cm^3 pobrac pipetą 10 cm^3 tak przygotowanego roztworu, dodac 10 cm^3 metanolu, a następnie wkroplic powoli 20 cm^3 kwasu solnego przy ciagłym mieszaniu Ściany zlewki spłukac około 10 cm^3 wody Wytrącony chlorek sodowy rozpuscic przez ogrzewanie, a następnie odparowac do sucha na łazni wodnej

Pozostałosc po odparowaniu rozpuscic w około 20—30 cm^3 gorącej wody Jezeli roztwor nie jest klarowny, zagotowac, przesączyc przez sredni sączek jakosciowy o srednicy 9 cm, przemyc sączek gorącą wodą i otrzymany przesącz odparowac do objętosci 20—30 cm^3 Następnie przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 50 cm^3, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Z tak przygotowanego roztworu pobrac 25 cm^3 i dalej postępowac zgodnie z PN-68/C-04515 — sposob 2 5 1 z tym, ze do roztworu porownawczego nalezy dodac 10 cm^3 roztworu wzorcowego ołowiu (0,1 mg Pb^{2+})

5 4 7 Interpretacja wyników Wartosci liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczen nalezy interpretowac zgodnie z PN-70/N-02120 p 3 3 2 (metoda A)

5 5 Zaświadczenie o wynikach badań Producent jest zobowiązany dołączyc do kazdej partii azotynu sodowego technicznego zaswiadczenie o wynikach badan stwierdzające zgodnosc produktu z wymaganiami normy

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6016-35

1 Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-84022

a) zaostrzono wymagania dla zawartosci azotynu sodowego (I gatunek), wody (I i II gatunek), chlorku sodowego (I i II gatunek) oraz substancji nierozpuszczalnych w wodzie (I gatunek),

b) uaktualniono normy związane oraz uscislono postanowienia w zakresie pakowania, przechowywania, transportu i pobierania oraz przygotowywania probki

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-84022 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1973 r

2 Odpowiedniki w normach zagranicznych

Bułgaria БДС 3187-64 Натриевнитрит технический
CSRS ČSN 653109 (1971) Dusztan sodny technicky
NRD TGL 14097 (1964) Grundchemikalien Natriumnitrittechn
ZSRR ГОСТ 6194-52 Натрий азотистокислый технический

3 Przepisy związane z transportem

a) Przepisy o przewozie koleją materiałow i przedmiotow niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 wrzesnia 1968 r (Dz T i ZK Nr 20 poz 84 z 1968 r)

b) Rozporządzenie Ministrow Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r w sprawie bezpieczenstwa ruchu przy przewozie materiałow niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz U PRL z dnia 17 grudnia 1971 r)

BN-73/6016-35 Azotyn sodowy techniczny
X 14

Zmiana 1
1 12 75 r

W punkcie 5 4 7 wiersz 4, zamiast (metoda A), powinno byc p 3 3 2 (metoda Z)

(Biuletyn PKNiM nr 4/76, poz 42)

7 **BN-73/6016-35 Azotyn sodowy techniczny**
X 14

zmiana 2
25 4 78 r

1 W punkcie 1 3, zamiast PN-67/O-79252, powinno być PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

2 W punkcie 4 1f), zamiast dotychczasowej tresci, powinno być znak niebezpieczeństwa dla materiałów szkodliwych dla zdrowia wg PN-76/O-79252 p 2 3 9

zmiana 1 — Biuletyn PKNiM nr 4/76 poz 42 (Biuletyn PKNiM nr 8/78 poz 75)

35 **BN-73/6016-35 Azotyn sodowy techniczny**
X 14

zmiana 3
6 12 79 r

W całym tekście normy zamiast n, powinno być N

zmiana 1 — Biuletyn PKNiM nr 4/76 poz 42
zmiana 2 — Biuletyn PKNiM nr 8/78 poz 75
(Biuletyn PKNMiJ nr 4/80 poz 27)