

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA		BN-76
	Siarczek sodowy techniczny		6016-58
			Grupa katalogowa X 14
Sodium sulphide technical	Sodium sulphure	Сернистый натрий технический	

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczek sodowy techniczny, którego głównym składnikiem jest związek o wzorze Na_2S , otrzymywany metodą redukcji siarczanu sodowego oraz absorpcji siarkowodoru.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. Ze względu na postać rozróżnia się trzy odmiany siarczku sodowego technicznego, oznaczone:

- P - płatkowany,
- L - lany,
- R - roztwór wodny.

2.2. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika oraz zanieczyszczeń rozróżnia się w odmianie P i L cztery gatunki oznaczone cyframi rzymskimi I, II, III i IV.

Siarczek sodowy techniczny odmiany R produkowany jest w jednym gatunku.

2.3. Przykład oznaczenia siarczku sodowego technicznego lanego gatunku I:

SIARCZEK SODOWY TECHNICZNY L I BN-76/6016-58

Zgłoszona przez Zakłady Chemiczne ALWERNIA w Kwączale
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 6 stycznia 1976 r jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 października 1976 r
(Dz Norm i Miar nr 5/1976 poz 14)

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczek sodowy płatkowany powinien mieć postać płatków grubości do 5 mm, barwy czerwobrunatnej, łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

Siarczek sodowy lany powinien stanowić litą, stopioną masę barwy czerwobrunatnej, łatwo rozpuszczalną w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Odmiany				
	P i L				R
	Gatunki				
	I	II	III	IV	
a) Siarczku sodowego, %, nie mniej niż w granicach	66 -	64 -	62 -	60 -	- 24-28
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,2	0,8	1,5	2	0,2
c) Związków żelaza w przeliczeniu na Fe, %, nie więcej niż	0,05	0,15	0,25	0,5	0,05
d) Wodorosiarczku sodowego NaHS, %, nie więcej niż ¹⁾	nie normalizuje się				1,5
¹⁾ Oznaczanie zawartości wodorosiarczku wykonuje się na żądanie odbiorcy.					

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczek sodowy płatkowany należy pakować do worków polietylenowych o zawartości 50 kg wg BN-70/6414-06, zamykanych przez zgrzewanie lub do szczelnych bębnow metalowych o zawartości do 200 kg wg BN-69/5046-02, siarczek sodowy lany - do bębnow metalowych o zawartości do 200 kg wg BN-69/5046-02, siarczek sodowy w roztworze - do cystern stalowych. Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowanie i ma wymiary zgodne z systemem wymiarowym opakowań.

Na każdym opakowaniu transportowym i każdej cysternie należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

a) nazwę lub znak wytwórni,

- b) oznaczenie wg 2.3,
- c) numer partii,
- d) masę netto,
- e) znak niebezpieczeństwa wg PN-67/0-79252, p. 2.3.6.

Na każdym opakowaniu transportowym należy ponadto umieścić znak ochrony przed ciepłem wg PN-67/0-79252 p. 2.4.4 uzupełniony napisem: Chronić przed temperaturą powyżej 45°C.

4.2. Przechowywanie. Siarczek sodowy lany i płatkowany należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i przewiewnych. Siarczek sodowy w roztworze należy przechowywać w zbiornikach stalowych przystosowanych do podgrzewania za pomocą pary.

W przypadku braku krytych pomieszczeń magazynowych, dopuszcza się w Przedsiębiorstwach Handlu Chemikaliami CHEMIA magazynowanie siarczku sodowego technicznego na składowiskach otwartych w szczelnych i całych opakowaniach.

4.3. Transport. Siarczek sodowy techniczny należy przewozić krytymi środkami transportu z zachowaniem przepisów Rozporządzenia Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych, dotyczących materiałów klasy V.

W przypadku transportu kolejowego siarczek sodowy techniczny należy przewozić krytymi wagonami z zachowaniem Przepisów Ministerstwa Komunikacji w sprawie bezpieczeństwa przy przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych dotyczących materiałów klasy V.

W czasie transportu samochodowego i kolejowego bębny z siarczkiem sodowym należy ustawić ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego, a ewentualne luki wypełnić materiałem amortyzującym w taki sposób, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i uszkodzeniem. Bębny mogą być załadowane maksymalnie w dwóch warstwach (w samochodzie) i w trzech warstwach (w wagonach).

Roztwór wodny siarczku sodowego należy przewozić w cysternach stalowych, mających urządzenia grzewcze, z zachowaniem Przepisów Ministerstwa Komunikacji w sprawie bezpieczeństwa przy przewozie koleją materiałów niebezpiecznych klasy V.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań. Badania obejmują:

- a) oględziny zewnętrzne (3.1),
- b) oznaczanie zawartości siarczku sodowego (3.2a),
- c) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),

- d) oznaczanie zawartości związków żelaza (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości wodorosiarczku sodowego (3.2d).

5.2. Przygotowanie partii do badań. Partię produktu stanowi najwyżej 20 t siarczku sodowego technicznego jednej odmiany i jednego gatunku przeznaczonego dla jednego odbiorcy lub jedna cysterna roztworu wodnego.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500.

5.3.1. Pobieranie próbek siarczku sodowego lanego. Z każdej partii, w czasie napełniania bębnow u producenta, należy pobrać rurką szklaną z co trzeciego bębna na początku napełniania, po napełnieniu około połowy opakowania oraz pod koniec napełniania próbkę o łącznej masie $1 \div 1,5$ kg.

Pobraną próbkę ogólną po zastygnięciu pokruszyć, zsypać do suchego naczynia, wymieszać i pomniejszyć metodą kwartowania do masy około 500 g.

W przypadku konieczności dodatkowego przeprowadzenia badań u odbiorcy należy wybrać losowo, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 15	4
16 - 63	5
powyżej 63	6

Wybrane bębny należy rozpruć wzdłuż podłużnego szwu i szybko pobrać równe ilości siarczku sodowego z trzech miejsc: w pobliżu dna, z połowy wysokości bocznej ściany i z górnej części opakowania w ilości około 250 g z jednego bębna. Dalej postępować jak poprzednio.

5.3.2. Pobieranie próbek siarczku sodowego płatkowanego. Z każdej partii należy wybrać losowo, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	5
16 - 25	7
26 - 63	8
64 - 160	9
161 - 250	10

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki próbnikiem 15 wg PN-74/C-60008 i postępować dalej jak w p. 5.3.1.

5.3.3. Pobieranie próbek siarczku sodowego w roztworze. Z każdej partii u producenta, w czasie napełniania cysterny: na początku napełniania, po napełnieniu około połowy cysterny oraz pod koniec napełniania pobrać próbnikiem 1 wg PN-74/C-60008 próbkę o łącznej masie około 500 g.

W przypadku napełnionej cysterny należy po uprzednim podgrzaniu do całkowitego rozpuszczenia kryształów i po wymieszaniu pobrać próbnikiem wg PN-74/C-60008 próbkę z całej wysokości słupa cieczy w ilości około 500 g.

5.3.4. Średnia próbka laboratoryjna. Pakowanie, przechowywanie, opis i przeznaczenie średniej próbki laboratoryjnej - wg PN-67/C-04500 p. 6.1, 6.2 i 6.3.

Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać przez 1 miesiąc.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oględziny zewnętrzne należy wykonać wzrokowo, sprawdzając postać i barwę produktu oraz szczelność opakowań. Opakowania nieszczelne należy usunąć z partii.

5.4.2. Oznaczanie zawartości siarczku sodowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Gliceryna cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Jod cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- c) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- d) Octan cynkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy lub siarczan cynkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- e) Skrobia, roztwór 1-procentowy.
- f) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.4.2.2. Oznaczanie całkowitej zawartości substancji redukujących
10 g badanego siarczku sodowego lanego lub płatkowanego lub 25 g siarczku sodowego w roztworze, odwazonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić (w przypadku roztworu rozcieńczyć) w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić wodą do kreski.

Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ wlać 50 cm³ roztworu jodu, około 200 cm³ wody, 20 cm³ roztworu kwasu octowego i powoli mieszając dodać 20 cm³ badanego roztworu. Nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarczku sodowego w obecności skrobi.

5.4.2.3. Oznaczanie domieszek redukujących (siarczynów i tiosiarcz-
czanów). Do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ odpipetować 100 cm³ roztworu siarczku sodowego sporządzonego wg 5.4.2.2, 50 cm³ roztwo-
ru octanu cynkowego, 10 cm³ roztworu gliceryny i dopełnić wodą do
kreski.

Zawartość kolby wymieszać i przesączyć przez suchy sącdek do su-
chej kolby. 100 cm³ otrzymanego przesącza miareczkować roztworem
jodu w obecności skrobi do fioletowego zabarwienia.

5.4.2.4. Obliczanie zawartości siarczku sodowego. Zawartość siar-
czku sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \left[\frac{50 - V_1}{20} - \frac{V_2}{40} \right] \cdot \frac{0,003902 \cdot 1000 \cdot 100}{m} = \left[\frac{50 - V_1}{20} - \frac{V_2}{40} \right] \cdot \frac{390,2}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczku sodowego
zuzycyego do miareczkowania nadmiaru jodu wg 5.4.2.2,
cm³,

V_2 - objętość ściśle 0,1 N roztworu jodu zuzycyego do mia-
reczkowania wg 5.4.2.3, cm³,

m - odważka siarczku sodowego, g,

0,003902 - ilość siarczku sodowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle
0,1 N roztworu jodu, g.

5.4.2.5. Wynik. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią ary-
tmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń zgodnych z 5.4.2.4,
między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,5%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wo-
dzie. Około 10 g badanego siarczku sodowego (25 g roztworu) odważyć
z dokładnością do 0,01 g i oznaczyć zawartość substancji nieroz-

poszczalnych w wodzie wg PN-54/C-04517. Dokładność przemycia osadu sprawdzić papierkiem ożwiawym.

5.4.4. Oznaczanie zawartości związków żelaza

5.4.4.1. Przygotowanie próbki do badań. Natychmiast po rozpuszczeniu próbki pobrać pipetą następujące ilości roztworu wg 5.4.2.2: dla gatunków I, II i R - 20 cm³, dla gatunków III i IV - 5 cm³, przenieść do zlewki, dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) oraz 1 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), rozcieńczyć wodą do 50 cm³ i gotować do zaniku zapachu siarkowodoru. Wydzieloną siarkę odsączyć na miękkim sączku, a sączek przemyć.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wodorosiarczku sodowego

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jod cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- b) Skrobia cz., roztwór 1-procentowy.
- c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- e) Oranż metylowy, roztwór.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ odpipetować 20 cm³ roztworu siarczku sodowego wg 5.4.2.2, rozcieńczyć 100 cm³ wody destylowanej i miareczkować roztworem jodu w obecności skrobi. Zabarwiony roztwór odbarwić 1 kroplą roztworu tiosiarczanu sodowego, dodać 5 kropli oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do słomkowego zabarwienia.

5.4.5.3. Obliczanie zawartości wodorosiarczku sodowego. Zawartość wodorosiarczku sodowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,005606 \cdot V \cdot 1000}{m \cdot 20} \cdot 100 = \frac{28,03 \cdot V}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanej próbki, g,

0,005606 - ilość NaHS odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.4.5.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,1%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne ALWERNIA.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-68/C-84034

a) zwiększono ilość gatunków w siarczku sodowym płatkowanym oraz wprowadzono nową odmianę - siarczek sodowy w roztworze wodnym,

b) wprowadzono nowy rodzaj opakowania dla siarczku sodowego płatkowanego.

Dotychczas obowiązująca PN-68/C-84034 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1976 r.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

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

BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz.U. nr 35 z dnia 17 grudnia 1971 r., poz.310)

Ministerstwo Komunikacji. Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r.

4. Normy zagraniczne

Bułgaria BDS 1877-71 Натриев сульфид технически

CSRS ČSN 65 3113 Sírnik sodný technický

Indie IS 297-1970 Specification for Sodium Sulphide technical

Jugosławia JUS H.B1.047 Natriumsulfid tehnicki

NRD TGL Grundchemikalien. Natriumsulfid

ZSRR ГОСТ 596 70 Натрий сернистый технический

5. Autor projektu normy - mgr Genowefa Gliwa - Zakłady Chemiczne ALWERNIA.