UKD 661 833 52

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Siarczyn sodowy pofenolowy	BN-77 6016-21 Grupa katalogowa X 14

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest siarczyn sodowy pofenolowy otrzymywany jako produkt uboczny przy produkcji fenolu syntetycznego Głównym składnikiem jest związek o wzorze Na_2SO_3

1 2 Zakres stosowania przedmiotu normy Siarczyn sodowy pofenolowy stosuje się w przemyśle celulozowo-papierniczym

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2 1 Odmiany Rozróżnia się trzy odmiany siarczynu sodowego pofenolowego S MR i MZ

2 2 Gatunki W zależności od zawartości głównego składnika rozróżnia się dwa gatunki siarczynu sodowego pofenolowego odmiany S oznaczone cyframi rzymskimi I i II

2 3 Przykład oznaczenia siarczynu sodowego pofenolowego suszonego, gatunku I

SIARCZYN SODOWY POFENOLOWY SI BN-77/6016-21

3 WYMAGANIA

Wymagania chemiczne i fizyczne - wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Odmiany			
	S		MR	MZ
	Gatunki			
	I	II		
a) Wygląd zewnętrzny	proszek barwy od popielatej do beżowej	proszek barwy od popielatej do brązowej	drobne kryształy lub bryły barwy od popielatej do ciemnobrązowej	
b) Siarczynu sodowego % nie mniej niż	90 0	86, 0	80, 0	
c) Siarczanu sodowego, %, nie więcej niż	8, 0	10, 0	10, 0	
d) Fenolu % nie więcej niż	0 1	0, 2	0, 75	
e) Żelaza (FeO), %, nie więcej niż	0, 3	0, 3	0, 5	
f) Wody %, nie więcej niż [1]	0, 5	1, 0	nie normalizuje się	
g) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % nie więcej niż [1]	1, 0	1, 0	nie normalizuje się	
h) Chlorku sodowego, %, nie więcej niż	2 5	2, 5	0, 5	2, 2

[1] Oznaczanie wykonuje się na żądanie odbiorcy

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 1 września 1977 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1978 r
(Dz Norm i Miar nr 26/1977 poz 85) i (Dz Norm i Miar nr 3/1978 poz 17)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1978

Wpływ do WN 22 11 77 Oddano do składu 27 12 77 Druk ukończono w lutym 78 Cena zł 5 40
Obj 0.75 a. w Nakład 2600+55 egz Zam. 3801/77

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4 1 Pakowanie Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany S I należy pakować po 50 kg do worków papierowych OK lub OKF 3 + 1AS wg PN-76/P-79005 o wymiarach wg PN-68/O-79027 zamykanych przez zszycie Dopuszcza się pakowanie siarczynu sodowego pofenolowego do specjalnych pojemników kontenerowych Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany S II MR i MZ nie jest pakowany

Znakowanie opakowan należy wykonać wg PN-76/O-79252 umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej

a) nazwę lub znak wytwórni,

b) oznaczenie wg 2 2

c) masę brutto i netto

d) numer opakowania

4 2 Formowanie jednostek ładunkowych W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 x 1200 mm wg PN-75/M-78216 Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją

4 3 Przechowywanie Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany S należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i suchych Dopuszcza się piętrzenie opakowan do 10 warstw Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany MR i MZ może być składowany w hałdach na wolnym powietrzu

Siarczyn sodowy pofenolowy transportowany i przechowywany luzem powinien być zużywany na bieżąco

4 4 Transport Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany S należy przewozic krytymi środkami transportowymi Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany S I w opakowaniach wg 4 1 należy ładować na srodek transportowy zgodnie z aktualnymi Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonow towarowych i samochodów ciężarowych w komunikacji wewnętrznej Opakowania należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu Dopuszcza się piętrzenie opakowan do pełnego wykorzystania srodka transportowego Opakowania należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się w czasie transportu Wystające wewnątrz srodka transportu części konstrukcyjne powinny byc usunięte lub zabezpieczone tak aby nie uszkodziły opakowan w czasie transportu

Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany S II transportuje się zbiornikami do przewozu materiałów sproszkowanych

Siarczyn sodowy pofenolowy odmiany MR i MZ transportuje się luzem, wagonami kolejowymi otwartymi

Znakowanie wagonów powinno być zgodne z 4 1a) - c) Informacje te powinny być umieszczone na tabliczce trwale przymocowanej do wagonu pod siatką

5 BADANIA

5 1 Rodzaje badan - wg tabl 2

Tablica 2

Rodzaje badan	Zakres badan		Opis badan wg
	pełne	niepełne	
a) Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego	+	+	5 4 1
b) Oznaczanie zawartosci siarczynu sodowego	+	+	5 4 2
c) Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego	+	+	5 4 3
d) Oznaczanie zawartosci fenolu	+	+	5 4 4
e) Oznaczanie zawartosci żelaza	+		5 4 5
f) Oznaczanie zawartosci wody	+		5 4 6
g) Oznaczanie zawartosci substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+		5 4 7
h) Oznaczanie zawartosci chlorku sodowego	+		5 4 8
+ oznacza obowiązek wykonania badania			

Badania pełne należy wykonywać okresowo raz na kwartał w celu kontroli, przy każdej zmianie surowców i technologii oraz na życzenie odbiorcy

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii siarczynu sodowego pofenolowego

5 2 Wielkość partii Partię stanowi zawartość jednego wagonu kontenera lub najwyżej 20 ton produktu jednej odmiany i jednego gatunku W partii dopuszcza się produkt o różnej barwie

5 3 Pobieranie probek i przygotowywanie srednie j probki laboratoryjnej należy wykonac wg wytycznych PN-67/C-04500 Z przedstawionej do badan partii siarczynu sodowego pofenolowego w workach należy wylosować opakowania w liczbie podanej w tabl 3

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowan wylosowanych
do 15	6
16 - 25	9
26 - 63	12
64 - 160	14
161 - 250	15
powyżej 250	16

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrac dwie probki pierwotne, każdą o masie co najmniej 100 g W przypadku siarczynu sodowego przesyłanego wagonami lub kontenerami liczba probek pierwotnych nie powinna być mniejsza niż dziesięc Probki należy pobierac z roznych miejsc, a odległosci między miejscami pobierania probek powinny wynosić około 0,5 m

Probki pierwotne należy pobierać próbnikiem 15 wg PN-74/C-60008 Pobrane próbki pierwotne należy połączyć ze sobą tworząc w ten sposob probkę ogólną z ktorej po dokładnym wymieszaniu pobrać srednią próbkę laboratoryjną nie mniejszą niż 250 g Srednią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie częsci Jedną część przeznaczyć do wykonania badan a drugą przechowywac w szczelnych słoikach przez 2 miesiące od daty wysłania partii z zakładu produkcyjnego

5 4 Opis badan

5 4 1 Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie

5 4 2 Oznaczanie zawartości siarczynu sodowego

5 4 2 1 Odczynniki i roztwory

a) Jod cz d a , roztwor 0, 1N

b) Kwas siarkowy cz d a roztwór 0, 5-procentowy

c) Skrobia, roztwór 1-procentowy

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

5 4 2 2 Wykonanie oznaczania Około 0, 25 g badanej probki od ważyć w naczynku wagowym z dokładnością do 0 0002 g Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 wprowadzic za pomocą biurety 50 cm^3 roztworu jodu dodać 25 cm^3 kwasu siarkowego i wsypac odważoną probkę siarczynu sodowego Naczynie wagowe spłukać niewielką iloscią wody do kolby z jodem

Zawartosć kolby wymieszać do rozpuszczenia się siarczynu sodowego Nadmiar jodu odmiareczkowac roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobii do zaniku niebieskiego zabarwienia

Zawartosć siarczynu sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,0063025\ (V - V_1)\ 100}{m} \qquad (1)$$

w którym

V - objętość ściśle 0, 1N roztworu jodu, cm^3,

V_1 - objętosc scisle 0, 1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

m - odważka badanego siarczynu sodowego pofenolowego g,

0 0063025 - masa siarczynu sodowego odpowiadająca 1 cm^3 sciśle 0, 1N roztworu jodu, g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan nie rożniących się między sobą więcej niż 0 5%

5 4 3 Oznaczanie zawartosci siarczanu sodowego

5 4 3 1 Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz d a roztwór 10-procentowy

b) Kwas solny cz d a (1, 19)

c) Oranż metylowy, roztwor 0, 1-procentowy

5 4 3 2 Wykonanie oznaczania Około 3 g badanego siarczynu sodowego odważyc z dokładnością do 0, 0002 g do zlewki pojemności 260 cm^3 Dodać 100 cm^3 wody i 20 cm^3 kwasu solnego Roztwór odparować do sucha Podczas gotowania sprawdzać odczyn roztworu dodając kilka kropel roztworu oranżu metylowego W przypadku gdyby oranż metylowy nie zabarwiał roztworu na czerwono należy dodać 2 cm^3 kwasu solnego Do pozostałości po odparowaniu dodać 100 cm^3 wody zagotować i wkroplić 20 cm^3 roztworu chlorku barowego Roztwór z wytrąconym osadem utrzymywać w temperaturze około 90°C przez 2 godz a następnie przesączyć przez twardy sączek ilościowy Osad na sączku przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy Sączek z osadem umieścić w wyprażonym i zważonym tyglu porcelanowym, spalić, a następnie wyprażyć przez 2 godz w temperaturze 800°C Po ochłodzeniu w eksykatorze tygiel zważyć

Zawartość siarczanu sodowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1\ 0,608\ 100}{m} \qquad (2)$$

w którym

m_1 - masa wyprażonego osadu, g,

m - odważka badanego siarczynu sodowego, g,

0 608 - przelicznik masy $BaSO_4$ na masę Na_2SO_4

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan nie różniących się między sobą więcej niż 0, 5%

5 4 4 Oznaczanie zawartości fenolu

5 4 4 1 Odczynniki i roztwory

a) Bromek potasowy - bromian potasowy cz d a ($KBr + KBrO_3$), roztwor 0, 1N

b) Jodek potasowy cz

c) Kwas solny cz (1 19)

d) Skrobia roztwór 1-procentowy

e) Tiosiarczan sodowy cz d a , roztwór 0 1N

f) Woda utleniona cz roztwor 5-procentowy

g) Wodorotlenek sodowy cz roztwor 8-procentowy

5 4 4 2 Wykonanie oznaczania Około 5 g siarczynu sodowego pofenolowego odważyć z dokładnością do 0, 01 g Probkę przeniesć ilosciowo do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 z doszlifowanym korkiem i dodać 50 cm^3 wody 20 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i 120 cm^3 wody utlenionej Zawartość kolby ogrzać do wrzenia i gotować przez 15 min Po schłodzeniu całej zawartości dodać 30 cm^3 roztworu bromku-bromianu potasowego, zakwasić 20 cm^3 kwasu solnego zamknąć kolbę i odstawić w ciemne miejsce na 15 min Następnie dodać 3 g jodku potasowego zamknąć kolbę i ponownie wstawic w ciemne miejsce i po 3 min miareczkowac roztworem tiosiarczanu sodowego Pod

koniec miareczkowania dodać roztworu skrobi Należy wykonać równolegle ślepą próbę którą wykonuje się w tych samych warunkach

Zawartość fenolu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{0,001568 \left(V - V_1\right) 100}{m} \qquad (3)$$

w którym

V - objętość ściśle 0 1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm^3,

V_1 - objętość ściśle 0 1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próby, cm^3

m - odważka badanego siarczynu sodowego, g,

0 001568 - masa fenolu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0, 1N roztworu tiosiarczanu sodowego g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż 0, 02%

5 4 5 Oznaczanie zawartości żelaza w przeliczeniu na tlenek żelazawy

5 4 5 1 Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz d a (1 42)

b) Kwas salicylowy cz d a , roztwór w etanolu, 2-procentowy

c) Kwas solny cz d a (1, 19)

d) Octan sodowy cz d a roztwór 25-procentowy

e) Wersenian dwusodowy cz d a., roztwór 0, 05M

5 4 5 2 Wykonanie oznaczania Do zlewki pojemności 250 cm^3 odważyć około 5 g badanego siarczynu sodowego z dokładnością do 0, 02 g, dodać 70 cm^3 wody, 10 cm^3 kwasu solnego i gotować do usunięcia SO_2 Następnie dodać 1 cm^3 kwasu azotowego i gotować przez 1 min Po ostygnięciu roztwór doprowadzić octanem sodowym do pH 2 ÷ 3 i rozcieńczyć wodą do objętości 100 cm^3, dodać 2 cm^3 kwasu salicylowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zaniku fioletowego zabarwienia

Zawartość żelaza w przeliczeniu na FeO (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{0,003593 \quad V \quad 100}{m} \qquad (4)$$

w którym

V - objętość ściśle 0, 05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

m - odważka badanego siarczynu sodowego, g,

0, 003593 - masa FeO odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0, 05M roztworu wersenianu dwusodowego, g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan nie różniących się między sobą więcej niż 0 03%

5 4 6 Oznaczanie zawartosci wody Odważyć z dokładnością do 0, 0002 g około 5 g badanego siarczynu sodowego w naczynku wagowym uprzednio wysuszonym do stałej masy Próbkę suszyć w temperaturze 105°C przez 3 godz a następnie ostudzić w eksykatorze i ponownie zważyć

Zawartość wody (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m - m_1}{m} \quad 100 \qquad (5)$$

w którym

m - masa siarczynu sodowego przed suszeniem, g,

m_1 - masa siarczynu sodowego po suszeniu, g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż 0, 05%

5 4 7 Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-54/C-04517 Do filtracji dopuszcza się również sączki twarde

5 4 8 Oznaczanie zawartości chlorku sodowego

5 4 8 1 Odczynniki i roztwory

a) Ałun żelazowo-amonowy cz , roztwór nasycony

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

c) Kwas azotowy cz , roztwór 1 4

d) Nitrobenzen cz

e) Rodanek amonowy cz d a , roztwór 0, 1N

5 4 8 2 Wykonanie oznaczania Odważyć około 5 g badanej próbki z dokładnością do 0, 01 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm^3 i uzupełnić objętość wodą do kreski Następnie do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 odmierzyć pipetą 25 cm^3 przygotowanego roztworu, 30 cm^3 kwasu azotowego i 25 cm^3 wody Całość utrzymywać we wrzeniu przez 10 min, a następnie po ochłodzeniu dodać 1 cm^3 nitrobenzenu i pipetą 10 cm^3 roztworu azotanu srebrowego Po dokładnym wymieszaniu dodać 2 cm^3 roztworu ałunu żalazowo-amonowego i nadmiar azotanu srebrowego odmiareczkować roztworem rodanku amonowego do różowego zabarwienia

Zawartość chlorku sodowego (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{0,005846 \left(V_1 - V_2\right) \quad 250 \quad 100}{m \quad 25} = \frac{5,846 \left(V_1 - V_2\right)}{m} \qquad (6)$$

w którym

V_1 - objętość ściśle 0 1N roztworu azotanu srebrowego wziętego do oznaczania, cm^3,

V_2 - objętość ściśle 0, 1N roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania cm^3,

m - odważka badanej próby, g

0,005846 - masa chlorku sodowego odpowiadająca 1 cm^3 scisle 0,1N roztworu azotanu srebrowego, g

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wynikow co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż 5% wyniku mniejszego

5 5 Zaokrąglanie i zapisywanie wyników Przy obliczaniu wyników stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120, metoda Z

5 6 Ocena wyników badan Siarczyn sodowy pofenolowy należy uznać za zgodny z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5 4 są zgodne z wymaganiami wg rozdz 3

5 7 Zaświadczenie o wynikach badan Dla każdej partii siarczynu sodowego pofenolowego wytworca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy

2 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-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800 x 1200 - EUR

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

PN-76/C-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe Worki papierowe Szeregi wymiarowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe Worki papierowe

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej Załącznik nr 10 do art 27 ust 4, p 4 DKP (Dz T i Z K z 1968 r nr 4, poz 10 wraz z późniejszymi zmianami)

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep Załącznik do zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r (Mon Pol nr 24, poz 123 z 1963 r)

3 Symbol wg SWW - 1222-541

4 Autor projektu normy - mgr Włodzimierz Borzych, mgr inż Ewa Radzinska Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy