wpcof 1 01 90
2/89 p 4
ob. 88/6016-12

6074

UKD 661 83 3 532

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Siarczan sodowy uwodniony techniczny	BN-67 6016-12 Zamiast RN 56/MPCh 732 Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan sodowy uwodniony, otrzymywany jako produkt uboczny w produkcji włókien sztucznych wytwarzanych sposobem wiskozowym.

Głównym składnikiem jest związek o wzorze $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Siarczan sodowy uwodniony techniczny stosowany jest do celów technicznych w przemyśle szklarskim i farbiarskim.

1.3. Normy związane

PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych

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

PN-54/C-04521 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości żelaza w produktach chemicznych metodą kolorymetryczną

PN-57/C-84042 Siarczan sodowy bezwodny techniczny

PN/C-87000 Nawozy sztuczne. Pobieranie probek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Nawozy sypkie

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości dziesięciodniowego siarczanu sodowego i zanieczyszczeń rozróżnia się gatunki 1 i 2.

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu sodowego uwodnionego technicznego gatunku 1:

SIARCZAN SODOWY UWODNIONY TECHNICZNY 1
BN-67/6016-12

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan sodowy uwodniony techniczny powinien mieć postać drobnych kryształków lub brył o zabarwieniu białym, z lekko żółtym lub szarym odcieniem.

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunek I	Gatunek II
a) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,2	0,5
b) Siarczanu sodowego, %, co najmniej	41,5	40,0
c) Siarczanu sodowego uwodnionego ($Na_2SO_4 \cdot 10\ H_2O$), %, co najmniej	93,0	90,0
d) Wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas siarkowy, %, najwyżej	1,0	1,5
e) Wody higroskopijnej, %, najwyżej	6,0	10,0
f) Cynku (Zn^{2+}), %, najwyżej	0,02	0,04
g) Metali ciężkich w przeliczeniu na ołów (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,0002	0,0005
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,002	0,005

4. OPAKOWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczanu sodowego uwodnionego nie pakuje się. Do każdej dostawy powinna być dołączona specyfikacja zawierająca

a) nazwę produktu,
b) oznaczenie wg 2.2,
c) wagę netto i tarę.

4.2. Transport. Siarczan sodowy uwodniony jest przesyłany luzem w krytych wagonach kolejowych lub samochodach.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Probki należy pobierać wg PN/C-87000 z tym, ze dla samochodów wg schematu "pojedynczej koperty".

Zjednoczenie Przemysłu Włókien Sztucznych
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Włókien Sztucznych dnia 9 grudnia 1967 r
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1968 r
(Mon Pol nr poz)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd Norm W wa Ark wyd 0,35 Nakł 2500 + 40 Zam 517/68 Cena zł 2 40

4,-

5.2. Rodzaje i wykonanie badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 20 g badanego siarczanu sodowego z dokładnością do 0,001 g i oznaczanie wykonać wg PN-54/C-04517. Pozostałość na sączku przemyć gorącą wodą do zaniku w przesączu reakcji na jon SO_4^{2-} (próba z chlorkiem barowym). Przesącz po oddzieleniu substancji nierozpuszczalnych w wodzie przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml i zachować do dalszych oznaczań.

5.2.2. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego

5.2.2.1. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania odważyć w tyglu porcelanowym około 2 g badanej soli z dokładnością do 0,01 g i suszyć w suszarce w ciągu 1 godz w temperaturze 105°C. Następnie prażyć, podwyższając temperaturę do 700°C (w ciągu około 3 godz), do stałej masy.

Zawartość siarczanu sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m - m_1)\ 100}{m} - X$$

w którym:

m - odważka badanej próbki, g,

m_1 - masa próbki po wyprażeniu, g,

X - zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie oznaczona wg 5.2.1, %.

5.2.2.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczań, pomiędzy którymi różnica nie powinna przekraczać 0,1%.

5.2.3. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego dziesięciowodnego. Zawartość siarczanu sodowego uwodnionego (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = 2{,}27 \cdot X_1$$

w którym:

X_1 - zawartość siarczanu sodowego wg 5.2.2.1, %,

2,27 - współczynnik przeliczeniowy (stosunek ciężaru cząsteczkowego siarczanu sodowego dziesięciowodnego do ciężaru cząsteczkowego siarczanu sodowego).

5.2.4. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas siarkowy (X_3) wykonać wg PN-57/C-84042.

5.2.5. Oznaczanie zawartości wody higroskopijnej. Zawartość wody higroskopijnej w procentach (X_4) należy obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m - m_1) - (m_2 - m_3)}{m} \cdot 100$$

w którym:

m - odważka badanej próbki wg 5.2.2.1, g,

m_1 - masa próbki po wyprażeniu wg 5.2.2.1, g,

m_2 - zawartość wody krystalizacyjnej obliczona w gramach wg wzoru

$$m_2 = \frac{m X_1\ 1{,}2683}{100}$$

w którym:

1,2683 - współczynnik do obliczenia zawartości wody krystalizacyjnej,

X_1 - procentowa zawartość siarczanu sodowego wg 5.2.2,

m_3 - zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas siarkowy obliczona wg wzoru

$$m_3 = \frac{m - X_3}{100}$$

w którym X_3 - procentowa zawartość kwasów w przeliczeniu na kwas siarkowy wg 5.2.4.

5.2.6. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.2.6.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na zmiareczkowaniu badanej próbki roztworu siarczanu sodowego wersenianem dwusodowym w obecności czerni eriochromowej T w środowisku o pH = 10.

5.2.6.2. Odczynniki

a) Wersenian dwusodowy, 0,01n roztwór mianowany, przygotowany w następujący sposób do kolby pomiarowej pojemności 1 l odważyć na wadze technicznej 3,72 g wersenianu dwusodowego, rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do kreski w temperaturze około 20°C. Odmierzyć pipetą 50 ml wzorcowego roztworu cynku do kolby stożkowej pojemności 300 ml i zobojętnić 0,25n roztworem wodorotlenku sodowego wobec jednej kropli czerwieni metylowej do zmiany zabarwienia na cytrynowożółte. Następnie dodać 10 ml roztworu buforowego pH = 10 i miareczkować przygotowanym roztworem wersenianu dwusodowego wobec czerni eriochromowej T do zmiany zabarwienia fioletowego na intensywnie niebieskie po dodaniu jednej kropli wersenianu sodowego.

Molarność roztworu (M) obliczyć wg wzoru

$$M = \frac{m \cdot 1000\ 50}{65{,}36\ 1000\ V} = 0{,}765\ \frac{m}{V}\ [\text{mol/l roztworu}]$$

w którym:

m - odważka cynku przy sporządzaniu 1 l roztworu wzorcowego, g,

50 - objętość pobranego roztworu wzorcowego cynku, ml,

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

65,36 - gramoatom cynku.

b) Wzorcowy roztwór cynku zawierający około 2 g Zn na 1 l, przygotowany w następujący sposób odważyć na wadze technicznej około 2 g drobnych wiórków metalicznego cynku rektyfikowanego o zawartości 99,99% cynku, próbkę przemyć alkoholem metylowym lub eterem w tyglu z filtrem ze spiekanego szkła, po czym wysuszyć ją do stałej masy i zważyć na wadze analitycznej. Następnie rozpuścić próbkę w niewielkiej ilości roztworu kwasu solnego (1+1). Rozpuszczać na łaźni wodnej. Po całkowitym rozpuszczeniu cynku roztwór odparować, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l i uzupełnić wodą do kreski w temperaturze około 20°C.

W przypadku wytrącania się osadu przy rozpuszczaniu chlorku cynku w wodzie należy sporządzony roztwór zakwasić ostrożnie kwasem siarkowym do całkowitego zaniku osadu.

c) Roztwór buforowy o pH = 10, przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 8,25 g chlorku amo-

nowego cz.d.a. w niewielkiej ilości wody destylowanej, dodać 113 ml 25-procentowego roztworu wodorotlenku amonowego cz.d.a., a następnie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l i uzupełnić do kreski wodą destylowaną w temperaturze około 20°C.

d) Mieszanina czerni eriochromowej T z chlorkiem sodowym, przygotowana w następujący sposób: wymieszać czerń eriochromową T z chlorkiem sodowym w stosunku 1 500, po czym mieszaninę starannie utrzeć w moździerzu.

e) Błękit bromotymolowy, roztwór 0,1-procentowy w 20-procentowym roztworze alkoholu metylowego.

f) Wodorotlenek sodowy, roztwory 0,1n i 0,25n.

g) Eter dwuetylowy cz.d.a.

h) Chlorek amonowy cz.d.a.

i) Wodorotlenek amonowy, roztwór 25-procentowy.

j) Chlorek sodowy cz.d.a.

5.2.6.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g badanej soli z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody destylowanej w zlewce stożkowej pojemności 300 ml. Roztwór zobojętnić 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej, po czym dodać 10 ml roztworu buforowego, a następnie miareczkować próbkę około 0,01n roztworem wersenianu dwusodowego wobec 0,5 - 0,8 g czerni eriochromowej T do zmiany zabarwienia z fioletowego na intensywnie zielony. Zaleca się przed miareczkowaniem dodać 1 kroplę błękitu bromotymolowego, co zwiększa ostrość zmiany zabarwienia.

Zawartość cynku (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{65,38 \cdot V \cdot M \cdot 100}{1000 \cdot 10}$$

w którym:

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

M - molarność roztworu wersenianu dwusodowego, moli na 1 l roztworu,

65,38 - gramoatom cynku,

10 - odważka badanej soli, g.

5.2.6.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch miareczkowań, pomiędzy którymi różnica nie powinna przekraczać 0,1 ml około 0,01n roztworu wersenianu dwusodowego i podać z dokładnością do 0,01%.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich w przeliczeniu na ołów (Pb^{2+}) należy wykonać wg PN/C-04515.

5.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+}). Odważyć 1 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego technicznego z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 30 ml roztworu kwasu solnego cz.d.a. (1+1), ogrzewając roztwór do wrzenia.

Roztwór po ostygnięciu przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Do oznaczania zawartości żelaza pobrać pipetą 40 ml roztworu. Jeżeli roztwór nie jest klarowny, należy go uprzednio przesączyć przez sączek do suchego naczynia i pierwszą porcję roztworu (około 50 ml) odrzucić. Oznaczanie wykonać wg PN-54/C-04521 sposobem A.

K O N I E C

Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Włókien Sztucznych

20 BN-67/6016-12 Siarczan sodowy uwodniony techniczny zmiana 1

X 14 18 10 67 r

Datę obowiązywania normy z 1 kwietnia 1968 r zmienia się na datę 1 lipca 1968 r

(Biuletyn PKN nr 4/68, poz 60)