

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA		BN-81
	Fluorek sodowy techniczny		6016-08
			Zamiast BN-70/6016-08
		Grupa katalogowa 1014	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy Przedmiotem normy jest fluorek sodowy techniczny, otrzymywany w wyniku działania ługu sodowego na fluorokrzemian sodowy

1.2 Zakres stosowania przedmiotu normy. Fluorek sodowy techniczny stosowany jest do impregnacji drewna, do produkcji środków owadobójczych, jako topnik przy produkcji aluminium oraz w przemyśle szklarskim i emalierskim

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki oznaczone I i II

2.2 Przykład oznaczenia fluorku sodowego technicznego gatunku I

FLUOREK SODOWY TECHNICZNY I BN-81/6016-08

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fluorek sodowy techniczny powinien być białym lub jasnoszarym krystalicznym proszkiem, trudno rozpuszczalnym w wodzie

3.2 Wymagania chemiczne — wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Zawartość fluoru całkowitego w przeliczeniu na NaF, co najmniej	95	90
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	1,5	2,0
c) Zawartość wody, %, najwyżej	0,8	1,2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie Fluorek sodowy techniczny należy pakować w worki papierowe pięciowarstwowe (w tym warstwa wodotrwała oraz warstwa powleczone

polietylenem) otwarte klejone wg PN-76/P-79005, o zawartości 50 kg netto. Dopuszcza się w porozumieniu z odbiorcą inny rodzaj opakowania, jeżeli zabezpiecza produkt co najmniej w takim stopniu jak ww opakowanie, o wymiarach zgodnych z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczanie wg 2.2
- c) numer partii lub datę produkcji,
- d) masę brutto i netto,
- e) znak odbioru KJ,
- f) znak ostrzegawczy dla substancji trujących barwa znaku, wielkość i sposób oznakowania — wg PN-76/O-79252 p 2.3.8,
- g) napis ostrzegawczy „Trucizna” wykonany białymi literami na czarnym tle

W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją

4.2 Przechowywanie. Fluorek sodowy techniczny powinien być przechowywany w pomieszczeniach krytych i suchych, specjalnie wydzielonych dla trucizn.

4.3 Transport. Fluorek sodowy należy przewozić dowolnymi krytymi szczelnymi i suchymi środkami transportu. W czasie załadunku, wyładunku i transportu fluorku sodowego należy chronić go przed zawilgoceniem. Załadunek powinien być rozłożony równomiernie, w sposób zabezpieczający przed przemieszczaniem się opakowań oraz wzajemnym uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie postaci i barwy (3.1),
- b) oznaczanie zawartości fluoru całkowitego w fluorku sodowym (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wody (3.2c)

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 24 lutego 1981 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1981 r. (Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

5.2. Wielkość partii Partię produktu stanowi najwyżej 20 000 kg fluorku sodowego technicznego, przeznaczonego dla jednego odbiorcy

5.3 Pobieranie próbek Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500, zachowując środki ostrożności jak przy postępowaniu z substancjami trującymi

Z każdej partii produktu podlegającej odbiorowi, w zależności od liczności, należy wybrać do pobrania próbek w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych wg tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	8
16—25	11
26—63	16
64—160	20
161—250	22
powyżej 250	24

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g

Probki pierwotne należy pobierać probnikiem wg PN-74/C-60008

Pobrane próbki pierwotne należy połączyć na czystym miejscu, zabezpieczającym produkt przed zanieczyszczeniem. Otrzymałą w ten sposób próbkę ogólną należy dokładnie zmieszać i zmniejszyć do wielkości wymaganej dla średniej próbki laboratoryjnej. Masa średniej próbki laboratoryjnej nie powinna być mniejsza niż 500 kg

Pakowanie i przechowywanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500 p 6.1—6.3

Próbkę rozjemczą należy przechowywać w ciągu 1 miesiąca od daty wysyłki

5.4. Opis badań

5.4.1 Sprawdzenie postaci i barwy należy przeprowadzić nieuzbrojonym okiem

5.4.2. Oznaczanie zawartości fluoru całkowitego w fluorku sodowym metodą miareczkową roztworem chlorku glinowego wobec wskaźnika eriochromocyjaniny

5.4.2.1. Zasada metody — oznaczanie fluoru metodą miareczkową solami glinowymi (wytrącenie krio-litu) wobec wskaźnika eriochromocyjaniny. Miareczkowanie prowadzi się w środowisku obojętnym w obecności chlorku sodowego. Kropla nadmiaru chlorku glinowego zabarwia roztwór na kolor fioletowy z żółto-rozowego. Reakcja przebiega zgodnie z równaniem



5.4.2.2 Odczynniki, roztwory, aparatura Należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz. d. a i wodę destylowaną

a) Chlorek glinowy roztwór wodny 0,5N 20,2 g chlorku glinowego szesciowodnego $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ 1 cm³ tego roztworu odpowiada 0,021 g NaF

b) Fluorek sodowy (wysuszony w temperaturze 105 °C)

c) Kwas solny, roztwór około 0,1 N

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór około 0,1N

e) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy

f) Eriochromocyjanina, roztwór wodny 0,4-procentowy. Roztwór przyrządzić w dniu użycia

g) Chlorek sodowy

h) Mieszadło magnetyczne

5.4.2.3 Oznaczanie poprawki miana 0,5N roztworu chlorku glinowego Wykonąć trzy równoległe oznaczania w następujący sposób: do zlewki pojemności 150 cm³ odważyć około 0,2 g wzorcowego fluorku sodowego, uprzednio wysuszonego w temperaturze 105 °C z dokładnością do 0,0002 g, dodać 25 cm³ wody i podgrzewać roztwór aż do całkowitego rozpuszczenia próbki. Następnie dodać stałego chlorku sodowego, aż do wysycenia roztworu, 2 krople fenoloftaleiny i kroplę roztworu wodorotlenku sodowego do zabarwienia wskaźnika. Dodawać kroplami roztwór kwasu solnego aż do odbarwienia fenoloftaleiny. Roztwór w zlewce podgrzać do wrzenia (jeżeli roztwór zabarwia się na różowo, dodać jeszcze kwasu solnego), dodać 2 krople eriochromocyjaniny i miareczkować, dodając kroplami 0,5N roztwór chlorku glinowego do przejścia barwy żółtej na fioletową, przy ciągłym mieszaniu na mieszadle magnetycznym z włączonym ogrzewaniem. Konieczne jest, aby roztwór w czasie miareczkowania był nasycony chlorkiem sodowym (w razie potrzeby dodać stałego chlorku sodowego). Poprawkę miana (*P*) obliczyć wg wzoru

$$P = \frac{m}{0,021 \cdot V} \quad (1)$$

w którym

m — odważka fluorku sodowego, g,

V — objętość 0,5N roztworu chlorku glinowego zużyta do miareczkowania, cm³,

0,021 — ilość fluorku sodowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5N roztworu chlorku glinowego, g

Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,4%

5.4.2.4 Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,2 g badanego fluorku sodowego, z dokładnością do 0,0002 g, do zlewki pojemności 150 cm³

Dodać 25 cm³ wody i roztwór podgrzać aż do całkowitego rozpuszczenia próbki. Dodać stały chlorek

sodowy aż do nasycenia roztworu, 2 krople fenoloftaleiny (roztwor zabarwia się na różowo) i kroplami — roztwor kwasu solnego do odbarwienia fenoloftaleiny. Jeżeli roztwor po dodaniu fenoloftaleiny nie zabarwia się, należy dodać kroplami roztwór wodorotlenku sodowego do pojawienia się różowego zabarwienia a następnie roztwor kwasu solnego do zobojętnienia roztworu.

Zobojętniony roztwor podgrzać do wrzenia (jeżeli roztwor zabarwia się na różowo, należy dodać jeszcze kwas solny), dodać 2 krople eriochromocyjaniny i miareczkować 0,5 N roztworem chlorku glinowego, mieszając roztwór na gorącym (przy włączonym ogrzewaniu) mieszadłem magnetycznym. Roztwór chlorku glinowego dodać kroplami do przejścia barwy żółtej na fioletową. Roztwór w trakcie miareczkowania powinien być nasycony chlorkiem sodowym.

Zawartość fluoru całkowitego (X) w przeliczeniu na NaF, w procentach, obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot p \cdot 0,021 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot p \cdot 2,1}{m} \quad (2)$$

w którym

V — objętość 0,5N roztworu chlorku glinowego zużyta do miareczkowania, cm^3 ,

p — poprawka miana obliczona wg wzoru (1),

0,021 — ilość fluorku sodowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,5N roztworu chlorku glinowego, g,

m — odważka próbki badanej, g

Zamiast bezpośrednich odważek badanego fluorku sodowego około 0,2 g można odważyć około 2 g próbki, rozpuścić na gorąco w wodzie i po ochłodzeniu uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm^3 . Jeżeli roztwor jest mętny, należy go przesączyć przez suchy sączek (odrzucając pierwszą porcję przesączu). Do miareczkowania należy pobrać 25 cm^3 przesączu i postępować jak podano poprzednio. Takie przygotowanie próbki należy uwzględnić we wzorze obliczeniowym.

5 4 2 5 Wynik Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan równoległych, między którymi różnica nie przekracza 0,5% zawartości fluorku sodowego.

5 4 3 Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć około 1 g badanego fluorku sodowego, z dokładnością do 0,0002 g i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Wynik Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan równoległych, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,3%.

5 4 4 Oznaczanie zawartości wody Około 3 g badanego fluorku sodowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, wysuszyć w temperaturze 150 °C do stałej masy.

Zawartość wody (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym

m — masa próbki przed suszeniem, g,

m_1 — masa próbki po suszeniu, g

Wynik Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczan równoległych, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

6 POSTĘPOWANIE Z PARTIĄ PRODUKTU UZNANĄ ZA NIEZGODNĄ Z WYMAGANIAMI NORMY

W przypadku uzyskania wyników stwierdzających niezgodność partii fluorku sodowego technicznego z wymaganiami normy, partię w oryginalnym opakowaniu postawić do dyspozycji producenta.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Toruńskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego POLCHEM, przy współpracy z Instytutem Chemii Nieorganicznej w Gliwicach

2 Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6016-08

a) zmniejszono ilość gatunków produkowanego fluorku sodowego, wyeliminowano gatunek Ekstra,

b) obniżono zawartość części nierozpuszczalnych w wodzie w gatunku I z 2,0 do 1,0% oraz II z 3,0 do 1,5%,

c) obniżono zawartość wody w gatunku II z 1,5 do 1,2%,

d) podano zmodyfikowaną metodę oznaczania zawartości

fluoru we fluorku sodowym metodą miareczkową roztworem chlorku glinowego wobec wskaźnika eriochromocyjaniny

3 Normy 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-76/P-79005 Opakowania transportowe Worki papierowe
PN-78/O-79021 Opakowania System wymiarowy
PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe Znaki
i znakowanie Wymagania podstawowe

4 Normy zagraniczne

Anglia BSI BS5072 Part 1, 2, 3 1975 Sodium Fluoride for
industrial use
Bułgaria BDS 4283-60 Натрив флуорид технический

CSRS ČSN 653132 (1973) Fluorid sodný technický
NRD TGL 6896 (1971) Natriumfluorid technisch
ZSRR ГОСТ 2871-75 Натрий фтористый технический

5 Symbol wg SWW — 122-451

6 Autor projektu normy — mgr Jadwiga Kopcewicz — To-
runskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego POLCHEM, Toruń