

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Siarczyn sodowy bezwodny techniczny	6016-54
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczyn sodowy bezwodny techniczny, którego głównym składnikiem jest związek o wzorze Na_2SO_3 . Ze względu na właściwości redukujące znajduje on zastosowanie w przemysłach: papierniczym, włókienniczym, garbarskim, spożywczym i innych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki siarczynu sodowego bezwodnego technicznego oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia siarczynu sodowego bezwodnego technicznego gatunku I:

SIARCZYN SODOWY BEZWODNY TECHNICZNY I
BN-75/6016-54

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Siarczyn sodowy bezwodny techniczny powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku barwy białokremowej, dobrze rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Okres trwałości produktu przechowywanego wg 4.3 wynosi co najmniej 8 miesięcy.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Zawartość SO_2 w przeliczeniu na Na_2SO_3 , %, nie mniej niż	92	87
b) Zawartość związków żelaza w przeliczeniu na Fe, %, nie więcej niż	0,015	0,02
c) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,1	0,15

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczyn sodowy bezwodny techniczny należy pakować:

a) w torby z uplastycznionego polichlorku winylu wg BN-72/6414-03, o zawartości 50 kg netto, umieszczone w workach jutowych wg PN-72/P-84535 mających wymiary zgodne z PN-71/0-79035;

b) w worki papierowe 5-warstwowe (w tym dwie wkładki bitumiczne) otwarte szyte wg PN-70/P-79005 i o wymiarach oraz sposobie zamknięcia wg PN-68/0-79027, o zawartości 50 kg netto;

c) w worki papierowe oceaniczne pięciowarstwowe (w tym warstwa wodotrwała oraz warstwa powleczone polietylenem) otwarte klejone wg PN-70/P-79005 i o wymiarach oraz sposobie zamknięcia wg PN-68/0-79027, o zawartości 50 kg netto;

d) w pojemniki kontenerowe lub z tworzyw sztucznych o zawartości 1000 kg netto.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań, jeżeli przeprowadzone próby w uzgodnieniu z odbiorcą wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-64/0-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii lub datę produkcji,
- masę brutto i netto,
- znak odbioru KT,
- napis: Przechowywać w suchym miejscu.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 1200 mm. Ładunek na palecie powinien mieć masę netto 1000 kg i być zabezpieczony przed przesuwaniem i deformacją.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 8 kwietnia 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1975 poz. 42)

4.3. Przechowywanie. Siarczyn sodowy bezwodny techniczny należy przechowywać w suchych i krytych pomieszczeniach, w temperaturze nie wyższej niż 30°C.

4.4. Transport. Siarczyn sodowy bezwodny techniczny w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi: kolejowymi i samochodowymi. W czasie transportu opakowania należy zabezpieczyć przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

W transporcie kolejowym należy przestrzegać Przepisów o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie zawartości dwutlenku siarki (3.2a)
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 20 t siarczynu sodowego technicznego jednego gatunku, przeznaczonego dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu podlegającej odbiorowi, w zależności od liczności partii, należy wybrać losowo liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
powyżej 250	16

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać 2 próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g. Próbkę pierwotną należy pobrać próbnikiem 15 wg PN-74/C-60008. Pobrane próbki pierwotne należy połączyć razem na czystym miejscu zabezpieczającym produkt przed zanieczyszczeniem. Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną miesza się dokładnie i zmniejsza do wielkości wymaganej dla średniej próbki laboratoryjnej. Masa średniej próbki laboratoryjnej nie powinna być mniejsza niż 500 g. Pakowanie i przechowywanie średniej próbki laboratoryjnej - wg PN-67/C-04500 p. 6.1 ÷ 6.3. Próbkę rozjemczą przechowywać w ciągu 2 miesięcy.

Pojemniki kontenerowe należy traktować jak worki przy pobieraniu próbek, z tym że wielkość 2 próbek pierwotnych pobieranych z każdego wylosowanego opakowania powinna wynosić co najmniej 250 g każda.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego obejmujące wzrokowe sprawdzanie postaci i barwy produktu zgodnie z 3.1.

5.4.2. Oznaczanie zawartości dwutlenku siarki (SO₂)

5.4.2.1. Zasada metody. Oznaczanie zawartości SO₂ wykonuje się metodą jodometryczną polegającą na utlenieniu SO₂ znaną ilością mianowanego roztworu jodu i odmiareczkowaniu nadmiaru jodu roztworem tiosiarczanu.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

- Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Skrobia cz., roztwór 0,5-procentowy.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. 0,25 g siarczynu sodowego odważyć szybko w naczyniu wagowym z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić w małej ilości wody. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ wlać za pomocą biurety 50 cm³ roztworu jodu, 25 cm³ roztworu kwasu siarkowego i dodać przygotowany roztwór. Po dokładnym wymieszaniu roztworu odmiareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi do zaniku niebieskiego zabarwienia.

Zawartość SO₂ w przeliczeniu na Na₂SO₃ (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V \cdot V_1) \cdot 0,0063025 \cdot 100}{m} = \frac{(V - V_1) \cdot 0,63025}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu jodu, cm³,

V₁ - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanego siarczynu sodowego, g,

0,0063025 - ilość siarczynu sodowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu jodu, g.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.3.1. Zasada metody. Zasada oznaczania polega na redukcji soli żelazowych chlorowodorkiem hydroksyloaminy do soli żelazawych. Sole żelazawe tworzą barwny różowy kompleks z 2,2'-dwupirydylem, których absorpcję mierzy się na fotokolorymetrze przy długości fali 520 nm.

5.4.3.2. Aparatura

- Fotokolorometr.
- Pehametr zaopatrzony w elektrodę szklaną i kalomelową.

5.4.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór 10-procentowy: 10 g chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuścić w wodzie i uzupełnić do objętości 100 cm³.

b) 2,2'-dwupirydył cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy: 0,5 g 2,2'-dwupirydyłu rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego (1,19) i uzupełnić wodą do objętości 100 cm³.

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

d) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy

e) Roztwór wzorcowy żelaza przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.56 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Fe²⁺.

5.4.3.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. W celu wstępnego oznaczenia pH należy odczytać do zlewki pojemności 100 cm³ 5 cm³ roztworu kwasu solnego, dodać 50 cm³ wody, 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu.

Roztwór wymieszać i pozostawić na 10 min. Następnie posługując się pehametrem, doprowadzić roztwór do pH = 3,1, dodając roztworu octanu amonowego.

Zanotować objętość dodanego roztworu octanu amonowego, a roztwór po wstępnym oznaczeniu pH odrzucić.

Następnie do 8 zlewek pojemności 100 cm³ odczytać ilości roztworu wzorcowego żelaza wg tabl. 3.

Tablica 3

Lp.	Objętość roztworu wzorcowego żelaza, cm ³	Odpowiadająca masa żelaza, mg
1	0 ¹⁾	0
2	2	0,02
3	5	0,05
4	8	0,08
5	11	0,11
6	14	0,14
7	17	0,17
8	20	0,20

¹⁾ Roztwór kompensacyjny.

Do każdej zlewki dodać po 5 cm³ roztworu kwasu solnego i rozcieńczyć roztwory wodą do objętości około 50 cm³. Następnie dodać po 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu i pozostawić roztwory na 10 min. Po upływie tego czasu dodać taką ilość roztworu octanu amonowego, jaka została użyta do wstępnego ustalenia pH.

Następnie ogrzać roztwory na łaźni wodnej w temperaturze 75°C w ciągu około 15 min. Po ostudze-

niu do temperatury otoczenia przenieść je ilościowo do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję barwnych roztworów przy długości fali 520 nm wobec roztworu kompensacyjnego jako odnośnika. Na podstawie zmierzonej absorpcji roztworów wykreślić krzywą wzorcową, odczytując na osi odciętych ilości żelaza zawarte w roztworze wzorcowym w mg, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości absorpcji.

5.4.3.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g badanego siarczynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić do kreski. Z tak przygotowanego roztworu pobrać 25 cm³ do zlewki pojemności 100 cm³, dodać 5 cm³ roztworu kwasu solnego i gotować przez około 5 min. Po ostudzeniu i rozcieńczeniu roztworu do około 50 cm³ dodać 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu i pozostawić roztwór na 10 min. Następnie posługując się pehametrem doprowadzić roztwór do pH = 3,1, dodając roztworu octanu amonowego.

Jednocześnie w ten sam sposób i przy użyciu tych samych odczynników należy przygotować roztwór kompensacyjny zawierający wodę w miejsce 25 cm³ badanego roztworu.

Dalej postępować wg 5.4.3.4, poczynawszy od ogrzewania na łaźni wodnej w temperaturze 75°C. Na podstawie zmierzonej absorpcji roztworów odczytać z krzywej wzorcowej odpowiadającą zawartość żelaza w badanym roztworze.

Zawartość żelaza (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 1000} = \frac{a}{m}$$

w którym:

a - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m - odważka badanego siarczynu sodowego, g.

5.4.3.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku niższego.

Dopuszcza się również oznaczanie zawartości żelaza wg PN-68/C-04521 p. 2.5.6. Metodą arbitrażową jest metoda z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu.

5.4.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-54/C-04517. Do oznaczania odważyć 10 g badanego siarczynu z dokładnością do 0,01 g.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w niniejszej normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Toruńskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego POLCHEM.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-60/C-84047

- a) zaktualizowano sposób pakowania produktu,
 - b) ograniczono rodzaje badań tylko do obowiązkowych,
 - c) wprowadzono nową metodę oznaczania zawartości żelaza.
- Dotychczas obowiązująca PN-60/C-84047 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 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-66/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych ilości żelaza

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

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

PN-71/O-79035 Opakowania transportowe. Worki z włókien lękowych i folii z tworzyw sztucznych. Szeregi wymiarowe

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

PN-72/P-84535 Worki z włókien lękowych

BN-72/6444-03 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Torby z folii uplastycznionego polichlorku winylu z dnem nieufornowanym, bez fałd, zgrzewane

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 DKP (Dz.T. i Z.K. z 1968 r. nr 4 poz. 10) z późniejszymi zmianami

4. Normy zagraniczne

Bułgaria BDS 5516-65 Натрев сулфит безводен

CSRS ČSN 65 3124 Sifřičitan sodný bezvodý technický

ZSRR ГОСТ 5644-66 Сульфит натрия безводный