

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75 6016-57
	Szklivo sodowe	
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest szklivo sodowe otrzymane przez stapianie piasku szklarskiego z sodą bezwodną. Szklivo sodowe na wzór ogólny: $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Szklivo sodowe stosuje się do produkcji szkła wodnego sodowego czyli koloidalnego roztworu wodnego krzemianów sodu.

1.3. Określenia. Moduł szkliva sodowego jest to stosunek procentowych molowych zawartości SiO_2 do Na_2O .

2. OZNACZENIE

SZKLIWO SODOWE BN-75/6016-57

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Szklivo sodowe powinno mieć postać bezkształtnych twardych brył o kolorze niebieskawym, zielonkawym lub seledynowym.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 22 sierpnia 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 marca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 25/1975 poz. 92)

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.Tablica 1

Wymagania	
a) Zawartość tlenku sodowego i krzemowego ($\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2$), %, nie mniej niż	97
b) Moduł w granicach	$2,7 \div 3,4$
c) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	1
d) Zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe_2O_3 , %, nie więcej niż	0,5
Dopuszcza się do obrotu towarowego inne rodzaje szkliwa sodowego na podstawie dwustronnych umów między odbiorcą i dostawcą. Przy odbiorze powyżej 300 Mg odbiorca może sądzić ściśle określonego modułu z dokładnością nie większą niż $\pm 0,1$.	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Szkliwo sodowe dostarczane jest luzem. Do każdej dostawy powinna być dołączona specyfikacja zawierająca:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg rozdz.2,
- c) masę netto.

4.2. Przechowywanie. Szkliwo sodowe należy przechowywać w przyzmach o wysokości do 1,5 m na składowisku otwartym o utwardzonym podłożu. Produkt należy zabezpieczyć przed zanieczyszczeniem.

4.3. Transport. Szkliwo sodowe przesyła się luzem w dowolnych środkach transportu. Ułożenie i zabezpieczenie ładunku musi być zgodne z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

5. BADANIA

5.1. Program badań - wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Zakres badań	
	pełne	niepełne
a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego	+	+
b) Oznaczanie zawartości tlenku sodowego i krzemowego	+	+

cd. tabl. 2

Rodzaje badań	Zakres badań	
	pełne	niepełne
c) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+	+
d) Oznaczanie zawartości żelaza	+	
Znak + oznacza obowiązek przeprowadzania badań. Badania niepełne przeprowadza się dla każdej partii. Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.		

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 60 Mg szkliva sodowego, przeznaczonego dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wtyczne PN-67/C-04500. Z partii produktu przeznaczonej do badań należy pobrać ręcznie metodą na ślepo 5 próbek pierwotnych, każda o masie co najmniej 2,5 kg. Próbkę pierwotną należy pobrać jako zawartość studzienek wykopanych przez $\frac{3}{4}$ grubości warstwy produktu. Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować wg PN-67/C-04500 p. 5.7.2. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 2,5 kg. Pakowanie i znakowanie - wg PN-67/C-04500 p.6. Próbkę do analiz rozjemczych należy przechowywać przez 1 miesiąc od daty wysyłki, a w przypadku eksportu przez 6 miesięcy.

5.4. Przygotowanie próbki do oznaczeń

5.4.1. Aparatura. Autoklaw laboratoryjny o pojemności dm^3 ogrzewany przeponowo z mieszałem o ciśnieniu roboczym minimum $9,8 \cdot 10^5 \text{N/m}^2$ (10 at).

5.4.2. Przygotowanie próbki. Średnią próbkę laboratoryjną rozdrobnić w takim stopniu, aby przeszła całkowicie przez sito o boku oczek kwadratowych 3 mm. Z tak przygotowanego szkliva odważyć 200 g z dokładnością do 0,1 g, wsypać do autoklawu, zalać $1,6 \text{ dm}^3$ wody, nałożyć pokrywę, uruchomić mieszało i włączyć ogrzewanie. Zawartość autoklawu ogrzewać do wrzenia przy otwartym zaworze redukcyjnym, następnie zamknąć zawór i ogrzewać dalej do osiągnięcia temperatury co najmniej 160°C i ciśnienia $5,9 \cdot 10^5 \text{N/m}^2$ (6 at).

Po 5 godz ogrzewania w tych warunkach wyłączyć ogrzewanie, odczekać do ostygnięcia do temperatury 50°C . Przy 50°C wyłączyć mieszało, otworzyć zawór redukcyjny, odczekać do wyrównania się ciśnienia z ciśnieniem atmosferycznym, po czym zdjąć pokrywę autoklawu. Zawartość autoklawu przenieść ilościowo do kolby pomiarowej poje-

mności 2 dm^3 , po ostygnięciu dopełnić wodą do kreski. Zawartość kolby przesaczyć przez suchy zważony sączonek do suchego naczynia. Pobrać 50 cm^3 roztworu pipetą do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 i wymieszać. Tak przygotowany roztwór i osad z sączenia pozostawić do dalszych oznaczeń.

5.5. Opis badań

5.5.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego przeprowadza się nieuzbrojonym okiem na zgodność produktu z wymaganiem wg 3.1.

5.5.2. Oznaczanie zawartości tlenu sodowego

5.5.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- b) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

5.5.2.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 25 cm^3 roztworu przygotowanego wg 5.4.2 do zlewki pojemności 250 cm^3 dodać 2÷3 krople oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego do zabarwienia cebulkowego.

Zawartość tlenu sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,0031 \cdot 2000 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 25} = \frac{V_1 \cdot 248}{m}$$

w którym:

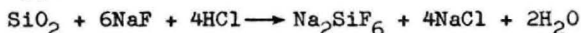
V_1 - objętość ściśle 0,1N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m - odważka szkliska sodowego, g,

0,0031 - ilość Na_2O odpowiada 1 cm^3 ściśle 0,1 N roztworu kwasu solnego.

5.5.3. Oznaczanie zawartości tlenu krzemowego metodą potencjometryczną.

5.5.3.1. Zasada metody. W obojętnym roztworze szkliska sodowego p dodaniu fluorku sodowego i mianowanego roztworu kwasu solnego zgodnie z reakcją:



tworzy się fluorokrzemian sodowy, zużywając równoważną ilość kwasu solnego. Nadmiar dodanego kwasu odmiareczkowuje się roztworem wodorotlenku sodowego. Koniec miareczkowania obserwuje się potencjometrycznie.

5.5.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Fluorek sodowy cz.d.a., roztwór nasycony: 22,5 g fluorku sodowego rozpuścić w 500 cm³ wody i przesączyć przez sączek umieszczony w lejku winidurkowym do butelki winidurkowej lub parafinowanej.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5 N.

c) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5 N.

5.5.3.3. Aparatura. Potencjometr lub pehametr z wyposażeniem.

5.5.3.4. Wykonanie oznaczania. 25 cm³ roztworu szklawa przygotowanego w 5.4.2 odmierzyć pipetą do zlewki pojemności 250 cm³, zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego dodać 60 cm³ roztworu fluorku sodowego, a następnie roztworu kwasu solnego w nadmiarze (około 50 cm³). Po zanurzeniu elektrod i uruchomieniu mieszadła nadmiar kwasu odmiareczkować potencjometrycznie roztworem wodorotlenku sodowego. Początkowo dodać wodorotlenek sodowy porcjami po około 1 cm³. Gdy zmiana zabarwienia roztworu z czerwonego na cebulkową będzie wykazywać bliski koniec reakcji, dodawać po 0,2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i obserwować zmiany potencjału. Koniec miareczkowania wyznacza ta objętość roztworu wodorotlenku sodowego, przy której po dodaniu 0,2 cm³ tego odczynnika występuje największy skok potencjału. W tych samych warunkach i w ten sam sposób przeprowadzić miareczkowanie ślepej próby, zawierającej 60 cm³ roztworu fluorku sodowego i tyle roztworu kwasu solnego, ile dodano do badanej próbki.

Zawartość tlenu krzemowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1 - V_2) \cdot 0,0075 \cdot 2000 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 25} = \frac{(V - V_1 - V_2) \cdot 60}{m}$$

w którym:

m - odważka badanej próbki, g,

V - objętość ściśle 0,5 N kwasu solnego dodanego w nadmiarze do próbki badanej, cm³,

V_1 - objętość ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru 0,5 N roztworu kwasu solnego, cm³,

V_2 - różnica między objętością ściśle 0,5 N roztworu kwasu solnego a objętością 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania tego kwasu w obecności 60 cm³ roztworu fluorku sodowego (ślepa próba) cm³,

0,0075 - ilość tlenku krzemowego odpowiadająca 1 cm³ ścisłe 0,5 N roztworu kwasu solnego, g.

5.5.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,5% wyniku mniejszego.

5.5.4. Oznaczanie zawartości tlenku krzemowego metodą miareczkową

5.5.4.1. Zasada metody. Do roztworu szklawa zobojętnionego wobec fenoloftaleiny (pH około 8,5) dodaje się nadmiar mianowanego roztworu kwasu solnego, roztworu fluorku potasowego i miesza w ciągu 5 min.

Zgodnie z reakcją



tworzy się fluorkrzemian, zużywając równoważną ilość kwasu solnego. Nadmiar dodanego kwasu solnego odmiareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny (pH około 8,5). Z ilości zużytego kwasu solnego oblicza się zawartość tlenku krzemowego.

5.5.4.2. Odczynniki i roztwory

- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy,
- Fluorek potasowy cz.d.a., roztwór około 6 N.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5 N.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5 N.

5.5.4.3. Wykonanie oznaczenia. Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ odmierzyć 25 cm³ badanego roztworu, przygotowanego wg 5.4.2, rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 100 cm³ i zobojętnić kwasem solnym wobec fenoloftaleiny. Następnie dodać 50 cm³ roztworu kwasu solnego, 20 cm³ roztworu fluorku potasowego i mieszać w ciągu 5 min. Nadmiar kwasu solnego odmiareczkować wobec fenoloftaleiny roztworem wodorotlenku sodowego. Odmiareczkowanie należy przeprowadzać szybko. Pierwsze czerwone zabarwienie wskaźnika utrzymujące się w ciągu 10 s wskazuje na koniec miareczkowania. W tych samych warunkach należy przeprowadzać miareczkowanie ślepej próby, zawierającej 50 cm³ kwasu solnego i 20 cm³ roztworu fluorku potasowego.

Zawartość tlenku krzemowego (X_3) obliczyć według wzoru

$$X_3 = \frac{(V - V_1 - V_2) \cdot 0,0075 \cdot 2000 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 25} = \frac{(V - V_1 - V_2) \cdot 600}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,5 N roztworu kwasu solnego dodanego w nadmiarze do próbki badanej, cm^3 ,

V_1 - objętość ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru kwasu solnego, cm^3 ,

V_2 - różnica pomiędzy dodaną objętością ściśle 0,5 N kwasu solnego a objętością ściśle 0,5 N wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania tego kwasu w ślepej próbie cm^3 ,

0,0075 - ilość tlenku krzemowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,5 N roztworu kwasu solnego, g,

m - odważka badanej próbki, g.

5.5.5. Obliczanie sumy tlenku sodowego i krzemowego. Sumę tlenków (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = X_1 + X_2$$

w którym:

X_1 - zawartość tlenku sodowego oznaczana wg 5.5.2, %,

X_2 - zawartość tlenku krzemowego oznaczana wg 5.5.3, %.

5.5.6. Obliczanie modułu szkliwa sodowego. Moduł szkliwa sodowego M obliczyć na podstawie wyników uzyskanych wg 5.5.2 i 5.5.3 albo 5.5.4 według wzoru

$$M = \frac{X_2}{X_1} \cdot 1,032$$

w którym:

X_2 - zawartość tlenku krzemowego, %,

X_1 - zawartość tlenku sodowego, %,

1,032 - współczynnik przeliczeniowy otrzymany z podziału mas cząsteczkowych SiO_2 i Na_2O .

5.5.7. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Osad na sączku, otrzymany po rozpuszczeniu szkliwa w autoklawie wg 5.4, przemyć gorącą wodą po uprzednim ilościowym wypłukaniu resztek osadu z kolby do zaniku odczynu alkalicznego w przesączu (próba z papierkiem lakmusowym). Sączek z osadem wysuszyć i wyparzyć w temperaturze 800°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X_3) w wodzie obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m_1 - masa sączka z osadem, g,

m_2 - masa sączka pustego, g,

m - odważka szkliska, g.

5.5.8. Oznaczanie zawartości żelaza

5.5.8.1. Zasada metody. Metoda polega na redukcji Fe^{+3} kwasem askorbinowym do jonów Fe^{+2} , związania ich w trwały przy $\text{pH} = 2,5 \div 8$ czerwony kompleks z 2,2-dwupirydylem przy $\text{pH} = 2,5 \div 8$ i fotokolorymetryczny oznaczaniu stężenia tego kompleksu.

5.5.8.2. Odczynniki i roztwory - wg FN-68/C-04521 p.2.4.2.

5.5.8.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej - wg FN-68/C-04521 p.2.4.3.2. W przypadku posiadania kuwet o grubości warstwy pochłaniającej 10 mm należy odpipetować do 5 kolb pojemności 100 cm^3 ilości roztworu wzorcowego żelaza zawierającego w 1 cm^3 0,1 mg Fe^{+2} wg tabl.3, dodać 20 cm^3 wody i postępować dalej wg FN-68/C-04521.

Tablica 3

Nr kolby	Objętość roztworu, cm^3	mg Fe^{+2} w próbce
1	0	0
2	0,5	0,05
3	1,0	0,1
4	1,5	0,15
5	2,0	0,20

5.5.8.4. Wykonanie oznaczania. Z roztworu przygotowanego wg 5.4.2 odpipetować 10 cm^3 do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i dopełnić wodą do kreski. Odmierzyć 20 cm^3 roztworu, zobojętnić kwasem solnym i postępować dalej wg FN-68/C-04521 p.2.4.2.2.

Zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe_2O_3 (X_s) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_s = \frac{a \cdot 2000 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 1,4297 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 50 \cdot 10 \cdot 20} = \frac{a \cdot 1429,7}{m}$$

w którym:

- a - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m - odważka badanego produktu, g,
- 1,4297 - współczynnik przeliczeniowy żelaza na Fe_2O_3 .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne RUDNIKI koło Częstochowy.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-68/C-84119

- a) wprowadzono 2 nowe metody oznaczania tlenku krzemowego,
- b) wprowadzono metodę oznaczania żelaza z zastosowaniem 2,2-dwupirydyłu,
- c) wprowadzono jeden rodzaj szkliwa.

Dotychczas obowiązująca PN-68/C-84119 zostaje unieważniona z dniem 1 marca 1976 r.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 DKP (D.T.ZK z 1968 r. nr 4 poz. 10 wraz z późniejszymi zmianami).

4. Normy zagraniczne

NRD TGL 16864 Natron wasserglass fest

Rumunia STAS 2083-62 Silikat de sodium solid

ZSRR ГОСТ 917 41 Силикат натрия

ГОСТ 4420-48 Силикат натрия

ГОСТ 8263-56 Силикат натрия

5. Autor projektu normy - mgr Elżbieta Maleta - Zakłady Chemiczne RUDNIKI.