

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Siarczan magnezowy techniczny	6016-60
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan magnezowy techniczny, otrzymywany przez działanie kwasem siarkowym na magnezyt prażony. Głównym składnikiem jest związek o wzorze $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ i masie cząsteczkowej 246,48.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Siarczan magnezowy techniczny stosuje się w przemyśle celulozowo-papierniczym, farbiarstwie, hutnictwie, do ognioodpornej impregnacji tkanin i drewna, do mieszanek paszowych, do wytwarzania ogniw elektrycznych i do produkcji innych soli magnezowych.

2. OZNACZENIE

SIARCZAN MAGNEZOWY TECHNICZNY BN-79/6016-60

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan magnezowy techniczny powinien mieć postać drobnych kryształów barwy od białej do jasnoszarej, nie zawierających zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania fizykochemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Siarczanu magnezowego ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	99
b) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,01
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,1
d) Metali ciężkich (jako Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczan magnezowy techniczny należy pakować po 50 kg w worki z folii polietylenowej wg BN-77/6414-06 o wymiarach wg PN-71/O-79035, umieszczone w workach papierowych, trzywarstwowych rodzaju OK—2+1AS wg PN-76/P-79005 o wymiarach wg PN-68/O-79027. Worki z folii polietylenowej należy zamykać przez zgrzewanie, worki papierowe — przez zawijanie lub szycie.

Siarczan magnezowy można również pakować w pojemniki kontenerowe hermetycznie zamykane, pojemności nie mniejszej niż 1 m³.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwale oznakowanie wg PN-76/O-79252, zawierające co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- masę netto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-75/M-78216. Worki na palecie należy układać ściśle obok siebie po 5 sztuk w warstwie; liczba warstw nie powinna przekraczać 4. Ładunek na palecie powinien być przez związanie zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Siarczan magnezowy techniczny należy przechowywać w opakowaniach zgodnie z 4.1, w krytych i suchych pomieszczeniach magazynowych, zapewniających utrzymanie temperatury w granicach od 0 do 30°C. Produkt przechowywać w takiej odległości od czynnych urządzeń grzejnych, aby temperatura w tych miejscach nie przekraczała maksymalnej dopusz-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 30 stycznia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1979 poz. 35)

czalnej wielkości. W przypadku uszkodzenia opakowania, produkt należy zabezpieczyć przed zawilżeniem.

Dopuszcza się piętrzenie opakowań w stosach do 10 warstw, a liczba warstw jednostek ładunkowych w stosie nie powinna być większa niż 1.

4.4. Transport. Siarczan magnezowy techniczny, pakowany w worki, należy przewozić krytymi środkami transportu, ładować na środek transportowy należy zgodnie z Przepisami o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej oraz z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

Worki należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu. Dopuszcza się piętrzenie opakowań do pełnego wykorzystania środka przewozowego. Opakowania należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się w czasie transportu.

Wystające wewnątrz środka przewozowego ostre części konstrukcyjne powinny być usunięte lub zabezpieczone tak, aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu.

W przypadku opakowań kontenerowych dopuszcza się transport w wagonach otwartych lub na platformach.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Zakres badań		Opis badań wg
	pełne	niepełne	
a) Sprawdzenie wymagań ogólnych	+	+	5.4.1
b) Oznaczanie zawartości siarczanu magnezowego	+	+	5.4.2
c) Oznaczanie zawartości żelaza	+	+	5.4.3
d) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+		5.4.4
e) Oznaczanie zawartości metali ciężkich	+		5.4.5
Znak + oznacza obowiązek wykonania badania.			

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

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii siarczanu magnezowego technicznego.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi zawartość jednego wagonu kontenera, samochodu lub powyżej 20 t produktu.

5.3. Pobieranie próbek i przechowywanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii siarczanu magnezowego technicznego w workach należy wylosować opakowania w liczbie podanej w tabl. 3.

Tablica 3

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

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne, każdą o masie co najmniej 100 g. W przypadku siarczanu magnezowego przesyłanego w kontenerach należy pobierać dwie próbki pierwotne z każdego kontenera, każdą o masie nie mniejszej niż 100 g.

Próbki pierwotne należy pobierać próbnikiem 15 lub 16 wg PN-74/C-60008. Pobrane próbki należy połączyć ze sobą i dokładnie wymieszać, tworząc w ten sposób próbkę ogólną, z której pobrać metodą kwartowania średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g. Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części. Jedną część przeznaczyć do wykonania badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych w szczelnie zamkniętych słoikach przez jeden miesiąc od daty wysłania produktu z zakładu produkcyjnego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości siarczanu magnezowego

5.4.2.1. Zasada metody — zmiareczkowanie roztworem wersenianu dwusodowego jonów magnezowych przy pH = 10 wobec czerni eriochromowej T.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Czern eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950.

b) Roztwór buforowy o pH = 10, przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Wersenian dwusodowy cz.d.a. (sól sodowa kwasu etylenodwuaminocztteroctowego), roztwór 0,05M; przygotowanie i ustalanie miana — wg PN-68/C-04950.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanego siarczanu magnezowego, odważonego z do-

kładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, rozpuścić w około 200 cm³ wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Odmierzyć pipetą 20 cm³ otrzymanego roztworu do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 25 cm³ wody, 5 cm³ roztworu buforowego i około 0,1 g mieszaniny wskaźnikowej czerni eriochromowej T, po czym silnie mieszając miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy czerwono-fioletowej na niebieską.

Zawartość siarczanu magnezowego w przeliczeniu na siedmiowodny (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,012324 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego siarczanu magnezowego, g,

0,012324 — ilość gramów $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521.02 p. 4.

5.4.3.2. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-75/C-04521.02 p. 3.

5.4.3.3. Pomiar i przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotowanie krzywej wzorcowej wykonać wg PN-75/C-04521.02. Pomiar absorbancji wykonać przy długości fali 500 ÷ 540 nm.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanego siarczanu magnezowego odważyć z dokładnością do 0,001 g, przenieść do zlewki pojemności 150 cm³ i rozpuścić na gorąco w około 80 cm³ wody.

Roztwór przesączyć przez średni sączek do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i po ostudzeniu uzupełnić wodą do kreski. Sączek z osadem odrzucić. Do oznaczania pobrać pipetą 25 cm³ roztworu i postępować dalej wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

Posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a - a_1) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 1000} \quad (2)$$

w którym:

a — zawartość żelaza w próbce badanej, odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

a_1 — zawartość żelaza w próbce kontrolnej, odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka badanego siarczanu magnezowego, g.

5.4.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,002%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć około 50 g badanego siarczanu magnezowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i rozpuścić na gorąco w 200 cm³ wody. Roztwór przesączyć przez wysuszony uprzednio do stałej masy i zważony tygiel z sączkiem ze szkła spiekanego G4. Pozostałość w tyglu przemyc wodą do zaniku jonów SO_4^{2-} (próba z BaCl_2), wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C i zważyć.

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

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa tygla z osadem, g,

m_2 — masa tygla pustego, g,

m — odważka badanego siarczanu magnezowego, g.

Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,02%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}).

5.4.5.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu metali ciężkich w siarczki siarkowodorem wydzielonym w wyniku hydrolizy tioacetamidu i ich kolorymetrycznym oznaczaniu przez porównanie z roztworem wzorcowym.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek amonowy cz.d.a.

b) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy, trwały przez 3 doby.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony

w stosunku 1 : 99; 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć pipetą 50 cm³ roztworu siarczanu magnezowego, otrzymanego wg 5.4.2.3, do cylindra kolorymetrycznego pojemności 100 cm³, dodać 1 g chlorku amonowego i wymieszać, następnie dodać 1 cm³ roztworu winianu sodowo-potasowego i 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego. Po wymieszaniu roztworu dodać 1,5 cm³ roztworu tioacetalidu.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 50 cm³ wody destylowanej

te same ilości odczynników oraz 5 cm³ roztworu wzorcowego.

Porównanie zabarwienia roztworów w cylindrach wykonać na mlecznym tle, patrząc na nie z boku.

5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Badaną partię siarczanu magnezowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii siarczanu magnezowego technicznego wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Wrocławskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-76/MPCh/N-207

- a) obniżono zawartość żelaza z 0,02 do 0,01%,
- b) wprowadzono badania pełne i niepełne,
- c) zmieniono metodę oznaczania metali ciężkich,
- d) uaktualniono warunki pakowania, przechowywania i transportu.

Niniejsza norma zastępuje ZN-76/MPCh/N-207.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli
- PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej
- 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-75/M-73216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

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

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

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane.

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4, p. 4 DKP (Dz. TiZK 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.).

4. Normy zagraniczne

Francja NF U 44-202 Produits utilisés en agriculture. Sulfates de magnesium. Dénominations et spécifications

LRB БДС 3274-72 магнезиев сулфат

NRD TGL 6442/01 Grundchemikalien. Magnesiumsulfat technisch. Technische Forderungen

5. Symbol wg SWW — 1221-624.

6. Autorzy projektu normy — mgr Romuald Zagierski, inż. Tadeusz Muzyk — Wrocławskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego.