

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Kwaśny węglan sodowy	6016-51
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwaśny węglan sodowy, którego główny składnik stanowi związek o wzorze NaHCO_3 .

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwaśny węglan sodowy stosowany jest w przemyśle kosmetycznym, farmaceutycznym, spożywczym oraz do innych celów.

1.3. Inne nazwy. Kwaśny węglan sodowy nosi również nazwy: soda oczyszczona, bikarbonat sodowy, wodorowęglan sodowy.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się cztery gatunki kwaśnego węglanu sodowego oznaczone symbolami: Ekstra, I, II, III.

2.2. Przykład oznaczenia kwaśnego węglanu sodowego gatunku Ekstra:
KWAŚNY WĘGLAN SODOWY EKSTRA BN-75/6016-51

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwaśny węglan sodowy powinien być proszkiem białym, suchym, drobnokrystalicznym, rozpuszczalnym w wodzie.

W gatunku II i III dopuszcza się możliwość wystąpienia nieznacznych zanieczyszczeń obcych.

Zgłoszona przez Inowrocławskie Zakłady Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 18 sierpnia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
i obrotu od dnia 1 marca 1976 r. (Dz. Norm. i Miar nr 23/1975 poz. 82).

3.2. Wymagania chemiczne podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki			
	Ekstra	I	II	III
a) Zawartość kwaśnego węgla sodowego w substancji suchej, %, co najmniej	99,2	98,7	98,0	94,0
b) Zawartość węgla sodowego w substancji suchej, %, najwyżej	0,7	1,0	1,5	nie normalizuje się
c) Zawartość wilgoci, %, najwyżej	0,3	0,5	1,0	nie normalizuje się
d) Zawartość chlorków jako Cl, %, najwyżej	0,01	0,02	0,03	nie normalizuje się
e) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,02 ²⁾	0,03	nie normalizuje się	
f) Zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe ³⁺ , %, najwyżej	0,002	0,004	nie normalizuje się	
g) Zawartość soli amonowych	nieobecne wg 5.4.9		nie normalizuje się	
h) Zawartość metali ciężkich w przeliczeniu na Pb ²⁺ , %, najwyżej ¹⁾	nieobecne wg 5.4.10		nie normalizuje się	
i) Zawartość arsenu, %, najwyżej ¹⁾	nieobecne wg 5.4.11		nie normalizuje się	
j) Zawartość siarczanów jako SO ₄ ²⁻ , %, najwyżej	0,02	0,02	nie normalizuje się	

¹⁾ Oznaczania wykonuje się dla przemysłu spożywczego i farmaceutycznego.

²⁾ Dla przemysłu farmaceutycznego najwyżej 0,01%.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwaśny węgiel sodowy należy pakować po 50 kg netto do worków papierowych 4-warstwowych wg PN-70/P-79005, o wymiarach wg PN-68/O-79027.

Dopuszcza się, po uzgodnieniu między dostawcą i odbiorcą, dostarczanie kwaśnego węgla sodowego w innym opakowaniu, zabezpieczającym produkt przed zmianami jakości w sposób nie gorszy niż ww. opakowanie mające wymiary zgodne z PN-64/O-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis, zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenia wg 2.2,

- c) masę brutto i netto,
- d) numer partii lub datę produkcji.

W przypadku eksportu opakowanie i znakowanie kwaśnego węgla sodowego należy uzgodnić z odbiorcą.

4.2. Przechowywanie. Kwaśny węgiel sodowy należy przechowywać w suchym i czystym pomieszczeniu o temperaturze nie wyższej niż 35°C. Chronić przed wilgocią.

4.3. Transport. Kwaśny węgiel sodowy należy przewozić czystymi, krytymi środkami transportu. Załadunek powinien być rozłożony równomiernie, zabezpieczać przed przemieszczaniem opakowań oraz ich wzajemnym uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Grupy badań	
	pełne	niepełne
a) Oznaczanie zawartości kwaśnego węgla sodowego (3.2a)	+	+
b) Oznaczanie zawartości węgla sodowego (3.2b)	+	+
c) Oznaczanie zawartości wilgoci (3.2c)	+	+
d) Oznaczanie zawartości chlorków (3.2d)	+	+
e) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2e)	+	
f) Oznaczanie zawartości żelaza (3.2f)	+	
g) Oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2g)	+	
h) Oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h)	+	
i) Oznaczanie zawartości arsenu (3.2i)	+	
j) Oznaczanie zawartości siarczaków (3.2j)	+	
Znak + oznacza obowiązek prowadzenia badań.		

Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii.

Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi najwyżej 50 ton kwaśnego węgla sodowego jednego gatunku.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii przeznaczonych do odbioru należy wybrać w sposób losowy w zależności od liczności partii liczbę opakowań podaną w tabl. 3.

Tablica 3

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

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

Próbki należy pobierać zgłębnikiem 14, 15 lub 16 wg PN-74/C-60003, wprowadzając zgłębnik do co najmniej $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania. Pobrane próbki pierwotne należy połączyć w próbkę ogólną, z której po dokładnym wymieszaniu należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g. Pakowanie i przeznaczenie próbki laboratoryjnej wg PN-67/C-04500 p. 6.1, 6.2 i 6.3.

Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać przez 1 miesiąc, licząc od daty wysyłki, przy czym próbkę z partii przeznaczonej na eksport należy przechowywać przez 6 miesięcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oględziny zewnętrzne polegają na wzrokowym sprawdzeniu postaci i barwy kwaśnego węgla sodowego.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwaśnego węgla sodowego. Odważyć około 2 g kwaśnego węgla sodowego z dokładnością do 0,0002 g w tyglu porcelanowym uprzednio wyprażonym w temperaturze 300°C do stałej masy, następnie zawartość z tygłem prażyć w temperaturze 300°C do stałej masy i po ostudzeniu zważyć.

Zawartość kwaśnego węgla sodowego (X_1) w przeliczeniu na suchą substancję obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(A - X_3) \cdot 2,71 \cdot 100}{100 - X_3}$$

w którym:

X_3 — zawartość wilgoci oznaczona wg 5.4.4, %,

2,71 — współczynnik przeliczeniowy strat prażenia ($H_2O + CO_2$) na $NaHCO_3$, g,

A — straty prażenia obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m — odważka badanego kwaśnego węgla sodowego, g,

m_1 — masa próbki po wyprażeniu, g.

5.4.2.1. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 0,2% wyniku mniejszego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.3. Oznaczanie zawartości węglanu sodowego

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.
- b) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczenia. 2 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do zlewki pojemności 250 cm³ lub kolby stożkowej z szeroką szyjką pojemności 250÷300 cm³, rozpuścić w 25 cm³ wody, dodać jedną kroplę oranżu metylowego i miareczkować kwasem siarkowym do zmiany barwy roztworu od żółtej do pomarańczoworóżowej (oranżowej).

Zawartość węglanu sodowego (X_2) w przeliczeniu na suchą substancję obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = (B - X_1) \cdot 0,631$$

w którym:

X_1 — zawartość NaHCO_3 oznaczona wg 5.4.2, %,

0,631 — współczynnik przeliczeniowy NaHCO_3 na Na_2CO_3 .

B — ogólna alkaliczność w przeliczeniu na kwaśny węglan sodowy w odniesieniu do suchej substancji obliczona w procentach wg wzoru

$$B = \frac{V \cdot 0,084 \cdot 100 \cdot 100}{(100 - X_3) \cdot m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 1n roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,084 — masa kwaśnego węglanu sodowego odpowiadająca 1 cm³, ściśle 1n roztworu kwasu siarkowego, g,

X_3 — zawartość wilgoci oznaczona wg 5.4.4, %,

m — odważka badanego kwaśnego węglanu sodowego, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku mniejszego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wilgoci. Około 3 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g w uprzednio wysuszonym nad stężonym kwasem siarkowym (1,84) niskim naczynku wagowym. Następnie suszyć w eksykatorze nad stężonym kwasem siarkowym (1,84) do stałej masy.

Zawartość wilgoci (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

m — odważka badanego kwaśnego węglanu sodowego, g,

m_1 — masa badanego kwaśnego węglanu sodowego po wysuszeniu nad stężonym kwasem siarkowym, g.

5.4.4.1. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 10% wyniku mniejszego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chlorków

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 250 cm³, rozpuścić w 30 cm³ wody, roztwór zobojętnić kwasem azotowym wobec papierka uniwersalnego i w przypadku jeśli roztwór jest mętny należy go przesączyć przez twardy sączek uprzednio odfity z chlorków gorącą wodą. Klarowny roztwór przenieść do kolby pomiarowej 100 cm³, uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu pobrać do analizy 10 cm³, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³ i dalsze oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla gat. Ekstra — 2 cm³ roztworu wzorcowego Cl,

dla gat. I — 4 cm³ roztworu wzorcowego Cl,

dla gat. II — 6 cm³ roztworu wzorcowego Cl.

5.4.6. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 400 cm³, rozpuścić w 250 cm³ wody. Roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony w temperaturze 105÷110°C tygiel z dnem porowatym G-4, osad przemyć gorącą wodą do zaniku alkaliczności (próba z fenoloftaleiną) i suszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 — masa substancji nierozpuszczalnych po wysuszeniu, g,

m — odważka kwaśnego węglanu sodowego, g.

5.4.6.1. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku mniejszego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.7. Oznaczanie zawartości żelaza metodą fotokolorymetryczną — metoda arbitrażowa

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 5 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 50 cm³ wody, zobojętnić ostrożnie 25-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka uniwersalnego i następnie dodać jeszcze 2 cm³ nadmiaru kwasu. W celu rozłożenia węglanów roztwór należy podgrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze aż do zaprzestania wydzielania się pęcherzyków CO₂. Po ostudzeniu przenieść do

kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu pobrać do analizy 20 cm³ i dalsze oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

Zawartość żelaza (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot 10}{m \cdot V}$$

w którym:

m_1 — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka badanego węglanu sodowego, g,

V — objętość roztworu pobrana do badania, cm³.

5.4.7.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku mniejszego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.8. Oznaczanie zawartości żelaza metodą kolorymetrycznego miareczkowania

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Z roztworu wg 5.4.7.2 pobrać 20 cm³, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³ i oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04521 p. 2.5.6 bez stosowania alkoholu izoamylowego.

Zawartość żelaza (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000} = \frac{V \cdot 0,1}{m \cdot V_1}$$

w którym:

V — objętość roztworu wzorcowego żelaza zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwaśnego węglanu sodowego, g,

V_1 — objętość roztworu pobrana do badania, cm³,

0,01 — ilość żelaza zawarta w 1 cm³ roztworu wzorcowego, stosowanego do miareczkowania, mg.

5.4.8.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku mniejszego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.9. Oznaczanie zawartości soli amonowych

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04525.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³, rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 4 cm³ wodorotlenku sodu, 1 cm³ odczynnika Nesslera-Winklera. Po każdym dodaniu odczynników roztwór należy wymieszać. Tak przygotowany roztwór badany należy porównać z próbką wzorcową, zawierającą wszystkie te odczynniki, co próbka badana.

Badany kwaśny węglan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli barwa roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w ten sam sposób.

5.4.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich w przeliczeniu na Pb^{2+} **5.4.10.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. 1 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³, rozpuścić w 20 cm³ wody, zobojętnić kwasem octowym lodowatym wobec papierka lakmusowego i prowadzić dalsze oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwaśny węglan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli po 10 min roztwór nie ściemnieje.

5.4.11. Oznaczanie zawartości arsenu

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory. Podfosforyn sodowy przygotowany w następujący sposób: 20 g podfosforynu sodowego cz.d.a., rozpuścić w 40 cm³ wody, dodać 130 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,19). Po zdekantowaniu osadu zlać ostrożnie klarowny roztwór.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. 1 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do próbówki, dodać 5 cm³ roztworu podfosforynu sodowego i następnie wygrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 15 min.

Badany kwaśny węglan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór po wygrzaniu obserwowany z boku na białym tle nie ściemnieje.

5.4.12. Oznaczanie zawartości siarczanów**5.4.12.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519.

Roztwór wzorcowy siarczanów przygotować przez rozcieńczenie w stosunku 1+9. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. 1 g kwaśnego węglanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 25 cm³ wody, zobojętnić ostrożnie 25-procentowym roztworem kwasu solnego, podgrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie do momentu zaprzestania wydzielania się dwutlenku węgla, następnie ostudzić, a jeśli roztwór jest mętny, należy go przesączyć, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do objętości 46 cm³ i wykonać dalsze oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Do roztworu porównawczego dodać 2 cm³ roztworu wzorcowego SO_4^{2-} .

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

5.6. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeśli wyniki badań kwaśnego węglanu sodowego odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach przeprowadzonych badań dla każdej partii wysyłkowej kwaśnego węglanu sodowego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-84124

- a) wprowadzono do normy dwa gatunki Ekstra i III,
- b) zrezygnowano z gatunku FP III,
- c) podwyższono zawartość kwaśnego węgla sodowego o 0,2% w gatunku I,
- d) podwyższono zawartości węgla sodowego o 0,3% w gatunku II,
- e) obniżono zawartość żelaza w gatunku I o 0,006%,
- f) zrezygnowano z oznaczania soli potasowych w gatunku I,
- g) zrezygnowano z oznaczania wilgoci, substancji nierozpuszczalnych w wodzie, związków żelaza, soli amonowych, metali ciężkich w przeliczeniu na Pb^{2+} w gatunku II,
- h) wprowadzono nowe metody oznaczania zawartości żelaza, siarczanów, chlorków, soli amonowych, arsenu.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-84124 zostaje unieważniona z dniem 1 marca 1976 r.

3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- 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-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

- CSRS ČSN 653112 Uhličitán sodný kyselý technický
- Rumunia STAS 1050-69 Bicarboanat de sodiu tehnic si adimentar
- ZSRR GOCT 2156-68 Натрий двууглекислый (букарбонат). Методы испытаний
- RWPG PC 3601-72 Натрий двууглекислый (букарбонат)