

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe	6069-11
		Zamiast BN-70/6069-11
		Grupa katalogowa 1095

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są syntetyczne sorbenty cząsteczkowe typu A i typu X, znane również pod nazwami: sita molekularne (cząsteczkowe), zeolit syntetyczny.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe są stosowane do głębokiego osuszania i oczyszczania gazów i cieczy w przemyśle chemicznym, petrochemicznym, chłodniczym, elektrochemicznym i innych, przy rozdzielaniu mieszanin gazowych i ciekłych, w procesach katalitycznych oraz jako składnik katalizatorów stosowanych głównie w przemyśle petrochemicznym¹⁾.

1.3. Określenia

1.3.1. syntetyczne sorbenty cząsteczkowe typu A — syntetyczny krystaliczny glinokrzemian w postaci białego proszku (3A — zeolit potasowo-sodowy, 4A — zeolit sodowy, 5A — zeolit wapniowo-sodowy), który po zmieszaniu z lepiszczem (glinką bentonitową) uzyskuje po uformowaniu i kalcynacji odpowiednią postać i wytrzymałość mechaniczną. Przybliżone wzory syntetycznych sorbentów cząsteczkowych typu A (bez lepiszcza) w formie bezwodnej:

odmiana 3A $0,6 K_2O \cdot 0,4 Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$,

odmiana 4A $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$,

odmiana 5A $0,7 CaO \cdot 0,3 Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$,

1.3.2. syntetyczny sorbent cząsteczkowy typu X — syntetyczny, krystaliczny glinokrzemian sodowy otrzymany w postaci białego proszku, który po zmieszaniu z lepiszczem (glinką bentonitową) uzyskuje po uformowaniu i kalcynacji odpowiednią postać i wytrzymałość mechaniczną.

Przybliżony wzór chemiczny syntetycznego sorbentu cząsteczkowego (bez lepiszcza) w formie bezwodnej, odmiany 13X: $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2,5 SiO_2$.

1.3.3. wytrzymałość mechaniczna syntetycznego sorbentu cząsteczkowego — odporność na uderzenia i ścieranie przez kule stalowe w obracającym się bębnie, wy-

rażona udziałem odsiewu sorbentu w $\%(m/m)$ po przesianiu przez sito o określonej wielkości oczek.

1.3.4. dynamiczna sorpcja pary wodnej — zdolność pochłaniania przez syntetyczny sorbent cząsteczkowy wilgoci z przepływającego przez warstwę sorbentu strumienia powietrza, o określonej wilgotności, natężeniu przepływu i temperaturze, wyrażona w $\%(m/m)$.

1.3.5. sorpcja etanolu, *n*-heptanu lub benzenu z mieszanin cieczy — zdolność pochłaniania przez syntetyczne sorbenty cząsteczkowe etanolu, *n*-heptanu lub benzenu z mieszanin cieczy: etanol-benzen lub *n*-heptan-benzen o udziałach składników określonych w $\%(m/m)$ w ściśle określonych warunkach temperatury i czasu sorpcji, wyrażona w gramach zaadsorbowanego składnika na 1 g sorbentu.

1.3.6. wodoodporność syntetycznego sorbentu cząsteczkowego — odporność na działanie wody w warunkach ustalonych normą, wyrażona udziałem odsiewu sorbentu w $\%(m/m)$ po działaniu wody i przesianiu przez sito o określonej wielkości oczek.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Typy. W zależności od budowy przestrzennej krystalicznego sorbentu cząsteczkowego rozróżnia się typy A i X.

2.2. Odmiany. W zależności od kationów równoważących ujemne ładunki szkieletu glinokrzemianowego, a w związku z tym zmieniających średnicę porów, rozróżnia się następujące odmiany syntetycznych sorbentów cząsteczkowych:

a) 3A — odmiana potasowo-sodowa sorbująca substancje mające wymiar krytyczny cząsteczki mniejszy od około 0,38 nm,

b) 4A — odmiana sodowa sorbująca substancje mające wymiar krytyczny cząsteczki mniejszy od około 0,4 nm,

c) 5A — odmiana wapniowo-sodowa sorbująca substancje mające wymiar krytyczny cząsteczki mniejszy od około 0,45 nm,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 4 i 5.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1986 poz. 5)

d) 13X — odmiana sodowa sorbująca substancje mające wymiar krytyczny cząsteczki mniejszy od około $0,9 \div 1,0$ nm.

2.3. Postacie. W zależności od kształtu, syntetyczne sorbenty cząsteczkowe występują w postaci:

a) białego proszku klimatyzowanego na powietrzu, znakowanego symbolem Z z podaniem typu i odmiany charakteryzującej wymiar krytyczny porów;

b) nitek otrzymanych przez uformowanie białego proszku z lepiszczem; nitki wszystkich odmian mają postać walców o średnicy $3 \div 4$ mm i długości około 10 mm; syntetyczne sorbenty cząsteczkowe w postaci nitek są znakowane symbolem N, z zaznaczeniem odmiany charakteryzującej wymiar krytyczny porów;

c) kulek odmiany 4A otrzymywanych przez uformowanie białego proszku z lepiszczem w postaci sferycznej o średnicy granu 3 ± 1 mm lub 5 ± 1 mm; syntetyczne sorbenty cząsteczkowe w postaci kulek są znakowane symbolem S lub symbolem P dla syntetycznego sorbentu cząsteczkowego wodoodpornego.

2.4. Przykład oznaczenia syntetycznego sorbentu cząsteczkowego typu A, odmiany sodowej w postaci kulek o wielkości granu 3 ± 1 mm:

SYNTECYCZNY SORBENT CZĄSTECZKOWY 4AS3

BN-85/6069-11

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Biały drobnokrystaliczny proszek, nie zawierający zanieczyszczeń obcych albo nitki lub kulki o wymiarach podanych w 2.3, barwy cielistej, nie zawierające zanieczyszczeń obcych.

3.2. Wymagania fizykochemiczne — wg tabl. 1.

3.3. Okres gwarancji. Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe pakowane w szczelnie zamknięte opakowania wg 4.1 oraz przechowywane wg 4.3 nie powinny zmieniać swych własności, wymienionych w rozdz. 3, przez jeden rok.

Tablica 1

Wymagania	Typ A						Typ X		
	Odmiana								
	3A		4A			5A		13X	
	Postać								
	Z	N	Z	S	P	Z	N	Z	N
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
a) Gęstość nasypowa, g/ml	—	0,64 ÷ 0,72	—	0,64 ÷ 0,75	0,64 ÷ 0,75	—	0,64 ÷ 0,72	—	0,5 ÷ 0,6
b) Wytrzymałość mechaniczna, %, co najmniej	—	90	—	94	94	—	90	—	90
c) Ścieralność, %, najwyżej	—	0,4	—	1,0	0,6	—	0,5	—	0,4
d) Straty prażenia, %, najwyżej	20	3	20	3	3	20	3	25	5
e) Dynamiczna sorpcja pary wodnej przy 5% wilgotności względnej, %, co najmniej	—	14	—	16	16	—	15	—	18
f) Sorpcja etanolu w temperaturze 20°C z mieszaniny etanol-benzen, g/g, najwyżej co najmniej	0,05 —	0,4 —	— 0,145	nie normalizuje się					
g) Sorpcja benzenu w temperaturze 20°C z mieszaniny benzen- <i>n</i> -heptan, g/g, co najmniej	nie normalizuje się							0,185	0,140
h) Sorpcja <i>n</i> -heptanu w temperaturze 100°C z mieszaniny <i>n</i> -heptan-benzen, g/g, co najmniej	nie normalizuje się					0,125	0,100	nie normalizuje się	
i) Wodoodporność, %, co najmniej	nie normalizuje się			—	90	nie normalizuje się			

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Syntetyczny sorbent cząsteczkowy znakowany symbolem Z należy pakować w worki papierowe 6-warstwowe z wkładką bitumiczną o wymiarach zgodnych w PN-82/O-79027, pojemności 50 kg.

Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe znakowane symbolem N, S lub P należy pakować w bębny metalowe pojemności 80 l, wg BN-76/5046-02. Bębny należy napełniać po brzegi, lekko wstrząsając. Po napełnieniu należy natychmiast zamknąć.

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

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.4,
- c) numer partii lub datę produkcji,
- d) masę netto,
- e) znak ochrony przed wilgocią wg PN-85/O-79252 p. 2.4.6.

Ponadto w przypadku syntetycznych sorbentów cząsteczkowych oznaczonych symbolem Z pakowanych w worki:

- f) liczba warstw składowania — 10,
 - g) liczba warstw ładowania — 7,
- a w przypadku syntetycznych sorbentów cząsteczkowych oznaczonych symbolem N, S lub P pakowanych do bębnow:

- f) liczba warstw składowania — 1,
- g) liczba warstw ładowania — 1.

Wymiary i sposób umieszczania znaków — wg PN-85/O-79252.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach płaskich jednopłytowych drewnianych czterowieściowych bez skrzydeł o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe należy przechowywać w opakowaniach dostawcy, w pomieszczeniach zamkniętych, suchych i przewiewnych, nie zawierających w powietrzu par substancji kwaśnych lub organicznych, wyposażonych w podłogę drewnianą lub kratownicę drewnianą.

Worki należy składować w 10 warstwach, układając jeden na drugim.

Bębny metalowe należy składować w jednej warstwie w pozycji pionowej, otworem załadunkowym do góry.

4.4. Transport. Opakowania z syntetycznymi sorbentami cząsteczkowymi należy przewozić czystymi środkami transportu. Worki należy układać w 7 warstwach, natomiast bębny należy przewozić w jednej warstwie w pozycji pionowej, ściśle obok siebie, zabezpieczając je przed przesuwaniem oraz uszkodzeniem.

Szczegółowe warunki ładowania, transportu i wyładowywania określają obowiązujące przepisy w komunikacji kolejowej i samochodowej¹⁾.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie gęstości nasypowej (3.2a),
- c) oznaczanie wytrzymałości mechanicznej (3.2b),
- d) oznaczanie ścieralności (3.2c),
- e) oznaczanie strat prażenia (3.2d),
- f) oznaczanie dynamicznej sorpcji pary wodnej (3.2e),
- g) oznaczanie sorpcji etanolu z mieszaniny cieczy (3.2f),
- h) oznaczanie sorpcji benzenu z mieszaniny cieczy (3.2g),
- i) oznaczanie sorpcji *n*-heptanu z mieszaniny cieczy (3.2h),
- j) oznaczanie wodoodporności (3.2i).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 1000 kg syntetycznego sorbentu cząsteczkowego w postaci białego proszku lub najwyżej 2000 kg w postaci nitek lub kulek jednej odmiany, przeznaczonego dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500.

Z każdej partii przeznaczonej do odbioru należy wybrać w sposób losowy, w zależności od ilości opakowań w partii, liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii sztuk	Liczba opakowań, z których należy pobrać próbki pierwotne sztuk
do 15	4
16 ÷ 63	5

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne, o masie około 300 g każda, w następujący sposób:

- a) syntetyczne sorbenty cząsteczkowe w postaci białego proszku pobiera się u odbiorcy za pomocą prób- nika 15 wg PN-74/C-60008, zanurzając go na głębokości $\frac{3}{4}$ wysokości opakowania;
- b) syntetyczne sorbenty cząsteczkowe w postaci nitek lub kulek pobiera się u odbiorcy naczyniem do pobie- rania próbek przez przecięcie strumienia przesypywanego sorbentu na początku, w środku i pod koniec prze- sypywanego opakowania;
- c) syntetyczne sorbenty cząsteczkowe pobiera się u producenta w czasie pakowania produktu w sposób poprzednio podany, dla każdej szarży technologicznej osobno.

Próbki pierwotne przenieść do suchego, czystego sło- ja, uśrednić przez ostrożne odwracanie naczynia i po- brać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g.

Wszystkie czynności związane z pobieraniem próbek i przygotowaniem ich do badań należy przeprowadzać szybko, a opakowanie zabezpieczać, aby uniknąć nawil- gocenia produktu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Postanowienia ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.4.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych wykonać przez wizualną ocenę barwy i postaci syntetycznych sorbentów cząsteczkowych oraz nieobecności zanieczyszczeń obcych.

5.4.3. Oznaczanie gęstości nasypowej. Do suchego, zważonego z dokładnością do 0,1 g, cylindra pomiarowego pojemności 50 ml wsypywać porcjami po około 15 ml syntetycznego sorbentu cząsteczkowego, wstrząsając każdorazowo zawartość cylindra w ciągu 30 s przez postukiwanie krawędzią podstawy cylindra, pochylonego pod kątem około 80°, o stół przy jednoczesnym obracaniu wokół osi. Cylinder napełniony w ten sposób badanym sorbentem do działki 50 ml zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Gęstość nasypowa (X_1) obliczyć w gramach na mililitr wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{50} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa cylindra pomiarowego, g,

m_2 — masa cylindra z próbką, g.

Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 2% wyniku mniejszego.

5.4.4. Oznaczanie wytrzymałości mechanicznej

5.4.4.1. Aparatura i przyrządy

a) Młynek kulowy wg BN-77/6062-02 p. 5.4.6.

b) Wstrząsarka laboratoryjna o ruchu posuwisto-zwrotnym, o częstotliwości 180 ± 3 posuw /min.

c) Sita perforowane o średnicy oczek okrągłych 1 mm, z blachy mosiężnej grubości 0,5 mm, wg PN-76/M-94060/02.

d) Czasomierz.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 50 g syntetycznego sorbentu cząsteczkowego z dokładnością do 0,1 g, umieścić w bębnie młynka kulowego wraz z kulkami stalowymi. Bęben zamknąć, umieścić na wałkach młynka i uruchomić młynek na 15 min. Po zatrzymaniu młynka jego zawartość przesypać na sito, wybrać kulki, sito zamocować na wstrząsarce, którą uruchomić na 1 min. Pozostałość na sicie zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Wytrzymałość mechaniczną (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{50} = 2 \cdot m \quad (2)$$

w którym m — masa syntetycznego sorbentu cząsteczkowego pozostałego na sicie, g.

5.4.4.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną

wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 3% wyniku mniejszego.

5.4.5. Oznaczanie ścieralności

5.4.5.1. Przyrządy. Wstrząsarka laboratoryjna i sito jak w 5.4.4.1.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę syntetycznego sorbentu cząsteczkowego w ilości około 60 g przesiać w ciągu 1 min na sicie o oczkach okrągłych, o średnicy 1 mm. Z pozostałości na sicie odważyć 50 g sorbentu z dokładnością do 0,1 g, przenieść ponownie na sito, umocować na wstrząsarce i uruchomić ją na 15 min. Po upływie tego czasu zważyć pozostałość na sicie z dokładnością do 0,1 g.

Ścieralność (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(50 - m) \cdot 100}{50} = 100 - 2 \cdot m \quad (3)$$

w którym m — masa syntetycznego sorbentu cząsteczkowego pozostałego na sicie po oznaczeniu ścieralności, g.

5.4.5.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wyniku mniejszego.

5.4.6. Oznaczanie strat prażenia. Odważyć około 2 g syntetycznego sorbentu cząsteczkowego z dokładnością do 0,001 g, w uprzednio wyprażonym do stałej masy w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$ tyglu porcelanowym z przykrywką. Otwarty tygiel wstawić do pieca muflowego i prażyć w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$ do stałej masy (około 3 h). Następnie przykryty tygiel ostudzić w eksykatorze z aktywnym sorbentem, zważyć z dokładnością do 0,001 g.

Starty prażenia (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

m — masa próbki sorbentu przed prażeniem, g,

m_1 — masa próbki po prażeniu, g.

Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wyniku mniejszego.

5.4.7. Oznaczanie dynamicznej sorpcji pary wodnej

5.4.7.1. Odczynniki. Kwas siarkowy, roztwór 69%(m/m) do napełniania płuczek Köllikera — Dwilinga w celu otrzymania strumienia powietrza o wilgotności względnej 5%.

5.4.7.2. Aparatura i przyrządy oraz sposób przygotowania do wykonania oznaczeń — wg BN-77/6013-01 p. 5.4.5.1 i 5.4.5.2.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. Około 2 g sorbentu cząsteczkowego, uprzednio wyprażonego przez 2 h w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$, odważyć z dokładnością do 0,001 g w rurce dynamicznej zabezpieczonej za-

tyczkami na końcach. Rurkę z odważoną próbką umocować w statywie i podłączyć do aparatury wg BN-77/6013-01 rys. 1. Natężenie przepływu powietrza powinno wynosić 150 l/h w temperaturze pomiaru $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Wilgotność względna powietrza powinna wynosić 5%.

Rurkę dynamiczną z próbką waży się okresowo z dokładnością do 0,001 g, przy czym pierwsze ważenie wykonuje się po 3 h, licząc od momentu podłączenia rurki z próbką do aparatu, a następnie co 2 h, aż do uzyskania stałej masy próbki.

Dynamiczną sorpcję pary wodnej (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{m_1 - m_0} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

m_2 — masa rurki dynamicznej z sorbentem po zakończeniu oznaczania, g,

m_1 — masa rurki dynamicznej z sorbentem przed podłączeniem do aparatury, g,

m_0 — masa rurki dynamicznej, g.

5.4.7.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 3% wyniku mniejszego.

5.4.8. Oznaczanie sorpcji etanolu, *n*-heptanu lub benzenu z mieszanin cieczy

5.4.8.1. Odczynniki

a) Alkohol etylowy, bezwodny 99,8%(V/V).

b) Benzen.

c) *n*-Heptan cz.

Przed użyciem sprawdzić czystość odczynników na podstawie oznaczania współczynników załamania światła wg PN-81/C-04952.

5.4.8.2. Aparatura i przyrządy

a) Refraktometr.

b) Wirówka laboratoryjna z możliwością regulacji obrotów na poziomie 2500 obr/min.

c) Termostat laboratoryjny z regulacją temperatury w zakresie $20 \div 100^\circ\text{C}$.

d) Mikropipety pojemności 2 ml, z działką elementarną 0,01 ml.

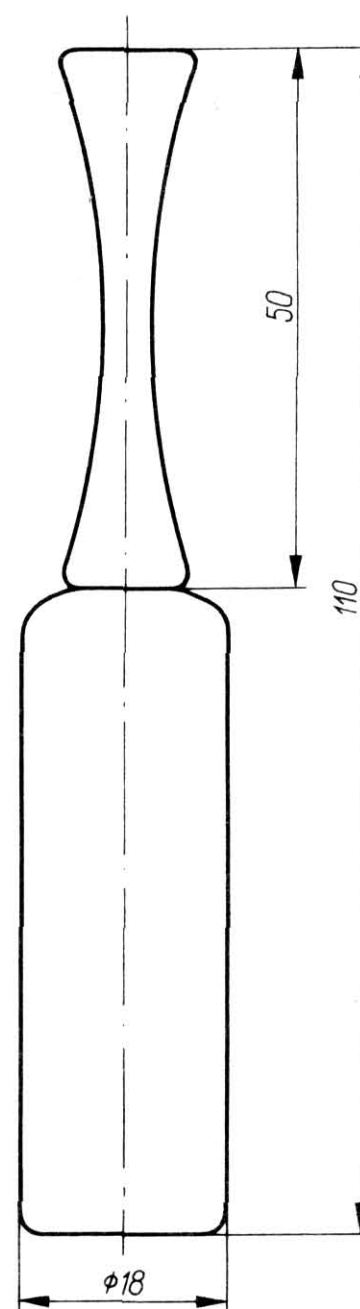
e) Ampułki pojemności 10 ml, z dospawaną szyjką do zatapiania, zgodnie z rys. 1.

f) Zestaw aparatury do osuszania mieszanin cieczy wg rys. 2.

5.4.8.3. Przygotowanie mieszanin cieczy oraz ampulek do badań.

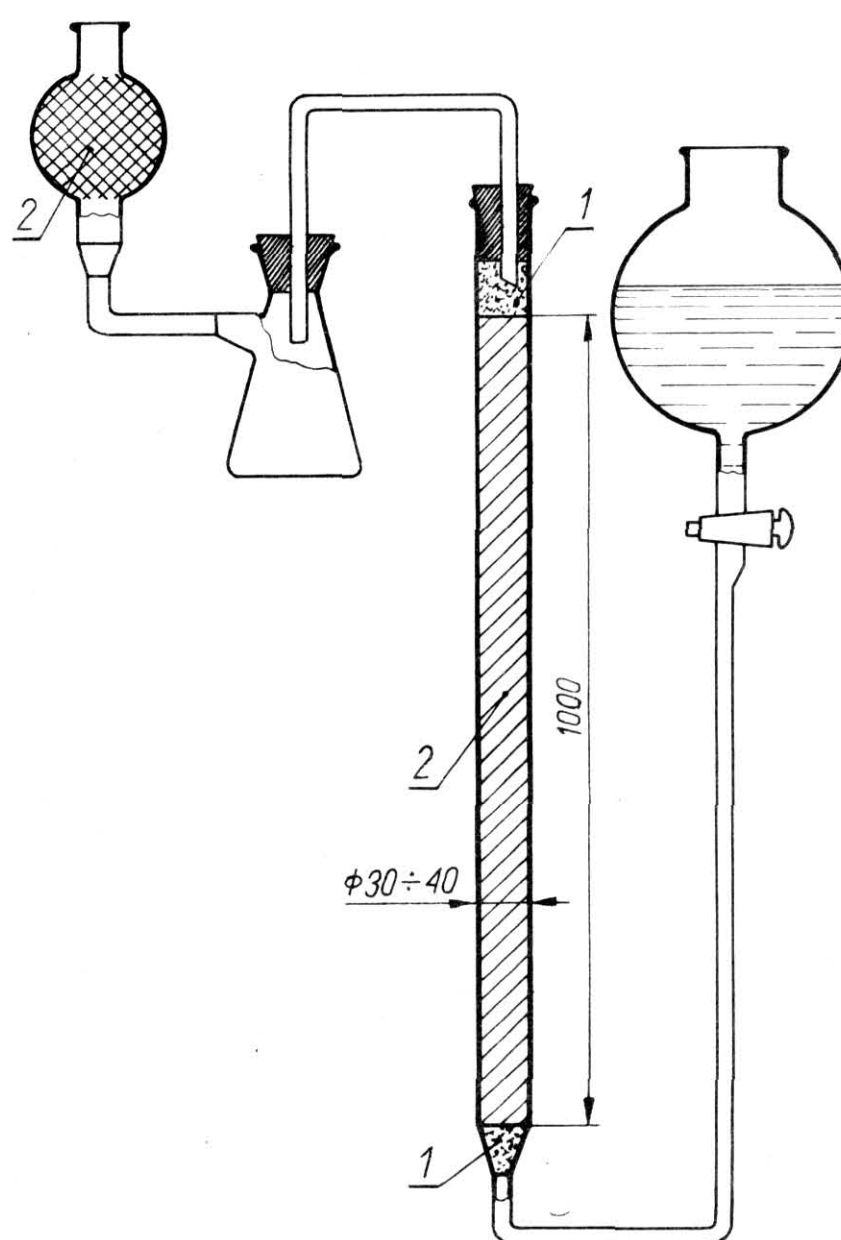
W zależności od odmiany badanego sorbentu cząsteczkowego, przygotować mieszaninę cieczy wg jednego z podanych sposobów:

— zmieszać alkohol etylowy 99,8%(m/m) z benzenem w stosunku objętościowym 1 + 4; mieszaninę osuszyć, oznaczyć współczynnik załamania światła n_D^{20} i z tabl. Z-1 odczytać skład mieszaniny w %(m/m) (mieszanina I),



BN-85/6069-11-1

Rys. 1. Ampułka do oznaczania sorpcji



BN-85/6069-11-2

Rys. 2. Zestaw aparatury do osuszania mieszanin cieczy
1 — wata, 2 — sorbent cząsteczkowy

— mieszać *n*-heptan z benzenem w stosunku objętościowym 1+4; mieszaninę osuszyć, oznaczyć współczynnik załamania światła n_D^{20} i z tabl. Z-2 odczytać skład mieszaniny w $\%(m/m)$ (mieszanina II),

— mieszać benzen z *n*-heptanem w stosunku objętościowym 1+4; mieszaninę osuszyć, oznaczyć współczynnik załamania światła n_D^{20} i z tabl. Z-3 odczytać skład mieszaniny w $\%(m/m)$ (mieszanina III).

Współczynnik załamania światła oznaczać wg PN-81/C-04952. Osuszanie mieszanin przeprowadzać w aparaturze wg rys. 2, w której kolumna wypełniona jest świeżo wyprażonym w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$ przez 3 h sorbentem cząsteczkowym odmiany 3A (przy osuszeniu mieszaniny I) albo odmiany 4A (przy osuszaniu mieszanin II i III). Szybkość przepływu mieszaniny przez kolumnę nie powinna być większa niż 1 kropla na 1 s.

W celu przygotowania ampulek do badań należy dopasować do nich korki gumowe i ponumerować zarówno ampulki, jak i korki w sposób trwały. Następnie ampulki (bez korków) wyprażyć w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$ do stałej masy (około 2 h). Po wyprażeniu ampulki należy ostudzić w eksykatorze oraz zważyć wraz z korkami z dokładnością do 0,0002 g.

5.4.8.4. Wykonanie oznaczania. Do ampulek przygotowanych wg 5.4.8.3 wsypać $0,6 \div 0,7$ g utartego w moździerzu syntetycznego sorbentu cząsteczkowego, po czym umieścić je w piecu muflowym i prażyć w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$ w ciągu 3 h. Po zakończeniu aktywacji ampulki przenieść do eksykatora z aktywnym syntetycznym sorbentem cząsteczkowym, zamknąć jak najszybciej korkami i po wystudzeniu zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Następnie do ampulek należy wprowadzić taką ilość odpowiedniej mieszaniny cieczy, aby stosunek masy nalanej mieszaniny do masy suchego sorbentu wynosił:

a) dla sorbentu typu A $1,6 \div 1,7$ g/g,

b) dla sorbentu typu X $2,1 \div 2,2$ g/g.

Ampulki z sorbentem i mieszaniną zamknięte korkami ponownie zważyć z dokładnością do 0,0002 g, szybko zatopić i zostawić na 24 h w temperaturze 20°C albo 100°C , co pewien czas wstrząsając. Po upływie doby ciecz w ampulkach odwirować w ciągu 5 min, przy prędkości obrotowej około 2500 obr/min. Dla klarownej cieczy znad osadu oznaczyć współczynnik załamania światła n_D^{20} wg PN-81/C-04952 oraz odczytać skład mieszaniny w $\%(m/m)$ z tabl. Z-1, Z-2 albo Z-3.

Sorpcję składnika¹⁾ (X_6) obliczyć w gramach na jeden gram sorbentu wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_1}{m} \cdot \frac{w_0 - w}{100 - w} \quad (6)$$

¹⁾ Etanolu przy odmianach 3A i 4A, *n*-heptanu przy odmianie 5A lub benzenu przy odmianie 13X.

w którym:

m_1 — masa mieszaniny cieczy wprowadzonej do ampulki, g,

m — masa zaaktywowanego sorbentu w ampulce, g,

w_0 — ułamek masowy składnika adsorbowanego w mieszaninie przed sorpcją $\%(m/m)$,

w — ułamek masowy składnika adsorbowanego w mieszaninie po sorpcji, $\%(m/m)$.

5.4.8.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,020 g/g.

5.4.9. Oznaczanie wodoodporności

5.4.9.1. Aparatura

a) Wstrząsarka laboratoryjna wg 5.4.4.1b).

b) Sito perforowane wg 5.4.4.1c).

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Próbkę syntetycznego sorbentu cząsteczkowego w ilości około 60 g przesiać na sicie w ciągu 1 min.

Z pozostałości na sicie odważyć 50 g sorbentu z dokładnością do 0,1 g, umieścić w butelce polietylenowej z szeroką szyjką pojemności 1 l, dodać 175 ml wody. Butelkę zamknąć szczelnie korkiem i umieścić na wstrząsarce. Próbkę wstrząsać przez 30 min. Zawartość butelki przenieść do parownicy porcelanowej głębokiej, pojemności 250 ml, zdekantować sorbent, a wodę znad sorbentu zlać ostrożnie. Parownicę z sorbentem suszyć w temperaturze około 100°C przez 4 h, a następnie prażyć w temperaturze $360 \pm 20^\circ\text{C}$ przez 4 h. Po ostudzeniu w eksykatorze nad aktywnym sorbentem, przesiać sorbent na tym samym sicie w ciągu 1 min. Pozostałość na sicie zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Wodoodporność (X_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{m \cdot 100}{50} = 2 \cdot m \quad (7)$$

w którym m — masa pozostałości na sicie po badaniu, g.

5.4.9.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wyniku mniejszego.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki końcowe oznaczeń należy porównywać z wartościami liczbowymi wymagań stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań syntetycznego sorbentu cząsteczkowego wg 5.1 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii wysyłkowej syntetycznego sorbentu cząsteczkowego wytwórca jest obowiązany załączyć zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

WSPÓŁCZYNNIKI ZAŁAMANIA ŚWIATŁA MIESZANIN

Tablica Z-1. Zależność współczynników załamania światła w temperaturze 20°C (n_D^{20}) od procentowej zawartości etanolu w benzenie

Zawartość etanolu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość etanolu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość etanolu %(m/m)	n_D^{20}
0,000	1,5012	8,500	1,4874	13,418	1,4797
2,000	1,4979	8,625	1,4872	13,548	1,4795
4,000	1,4946	8,750	1,4870	13,686	1,4793
4,125	1,4944	8,875	1,4868	13,816	1,4791
4,250	1,4942	9,000	1,4866	14,000	1,4788
4,375	1,4940	9,125	1,4864	14,133	1,4786
4,500	1,4938	9,250	1,4862	14,266	1,4784
4,625	1,4936	9,375	1,4860	14,399	1,4782
4,750	1,4934	9,500	1,4858	14,532	1,4780
4,875	1,4932	9,625	1,4856	14,665	1,4778
5,000	1,4930	9,750	1,4854	14,798	1,4776
5,125	1,4928	9,875	1,4852	14,931	1,4774
5,250	1,4926	10,000	1,4850	15,064	1,4772
5,375	1,4924	10,128	1,4848	15,197	1,4770
5,500	1,4922	10,258	1,4846	15,330	1,4768
5,625	1,4920	10,386	1,4844	15,463	1,4766
5,750	1,4918	10,516	1,4842	15,596	1,4764
5,875	1,4916	10,644	1,4840	15,729	1,4762
6,000	1,4914	10,774	1,4838	15,862	1,4760
6,125	1,4912	10,902	1,4836	16,000	1,4757
6,250	1,4910	11,032	1,4834	16,133	1,4755
6,375	1,4908	11,160	1,4832	16,266	1,4753
6,500	1,4906	11,290	1,4830	16,400	1,4751
6,625	1,4904	11,418	1,4828	16,533	1,4749
6,750	1,4902	11,548	1,4826	16,666	1,4747
6,875	1,4900	11,586	1,4824	16,800	1,4745
7,000	1,4898	11,816	1,4822	16,933	1,4743
7,125	1,4896	12,000	1,4819	17,060	1,4741
7,250	1,4894	12,128	1,4817	17,200	1,4739
7,375	1,4892	12,258	1,4815	17,333	1,4737
7,500	1,4890	12,386	1,4813	17,466	1,4735
7,625	1,4888	12,516	1,4811	17,600	1,4733
7,750	1,4886	12,644	1,4809	17,733	1,4731
7,875	1,4884	12,774	1,4807	17,866	1,4729
8,000	1,4882	12,902	1,4805	18,000	1,4727
8,125	1,4880	13,032	1,4803	20,000	1,4697
8,250	1,4878	13,160	1,4801	22,000	1,4667
8,375	1,4876	13,290	1,4799	100,000	1,3618

Tablica Z-2. Zależność współczynników załamania światła w temperaturze 20°C (n_D^{20}) od procentowej zawartości *n*-heptanu w benzenie

Zawartość <i>n</i> -heptanu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość <i>n</i> -heptanu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość <i>n</i> -heptanu %(m/m)	n_D^{20}
0,000	1,5012	8,500	1,4874	13,548	1,4798
2,000	1,4976	8,625	1,4872	13,686	1,4796
4,000	1,4944	8,750	1,4870	13,813	1,4794
4,125	1,4942	8,875	1,4868	14,000	1,4792
4,250	1,4940	9,000	1,4867	14,133	1,4790
4,375	1,4938	9,125	1,4865	14,266	1,4788
4,500	1,4936	9,250	1,4863	14,399	1,4786
4,625	1,4934	9,375	1,4861	14,532	1,4784
4,750	1,4932	9,500	1,4859	14,665	1,4782
4,875	1,4930	9,625	1,4857	14,798	1,4781
5,000	1,4928	9,750	1,4855	14,931	1,4780
5,125	1,4926	9,875	1,4853	15,064	1,4778
5,250	1,4924	10,000	1,4852	15,197	1,4776
5,375	1,4922	10,128	1,4850	15,330	1,4774
5,500	1,4920	10,258	1,4848	15,463	1,4772
5,625	1,4918	10,386	1,4846	15,596	1,4770
5,750	1,4916	10,516	1,4844	15,729	1,4768
5,875	1,4914	10,644	1,4842	15,862	1,4766

cd. tabl. Z-2

Zawartość <i>n</i> -heptanu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość <i>n</i> -heptanu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość <i>n</i> -heptanu %(m/m)	n_D^{20}
6,000	1,4913	10,774	1,4840	16,000	1,4764
6,125	1,4911	10,902	1,4838	16,133	1,4762
6,250	1,4909	11,032	1,4836	16,266	1,4759
6,375	1,4907	11,160	1,4834	16,400	1,4757
6,500	1,4905	11,290	1,4832	16,533	1,4755
6,625	1,4903	11,418	1,4830	16,666	1,4753
6,750	1,4901	11,548	1,4828	16,800	1,4751
6,875	1,4899	11,686	1,4826	16,933	1,4749
7,000	1,4897	11,816	1,4824	17,060	1,4747
7,125	1,4895	12,000	1,4822	17,200	1,4745
7,250	1,4893	12,128	1,4820	17,333	1,4743
7,375	1,4891	12,258	1,4818	17,466	1,4741
7,500	1,4889	12,386	1,4816	17,600	1,4739
7,625	1,4887	12,516	1,4814	17,733	1,4737
7,750	1,4885	12,644	1,4812	17,866	1,4735
7,875	1,4883	12,774	1,4810	18,000	1,4733
8,000	1,4882	12,902	1,4808	20,000	1,4706
8,125	1,4880	13,032	1,4806	22,000	1,4679
8,250	1,4878	13,160	1,4804	100,000	1,3878
8,375	1,4876	13,290	1,4802		
		13,418	1,4800		

Tablica Z-3. Zależność współczynników załamania światła w temperaturze 20°C (n_D^{20}) od procentowej zawartości benzenu w *n*-heptanie

Zawartość benzenu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość benzenu %(m/m)	n_D^{20}	Zawartość benzenu %(m/m)	n_D^{20}
26,000	1,4096	22,000	1,4060	18,000	1,4024
25,770	1,4094	21,790	1,4058	17,760	1,4022
25,550	1,4092	21,560	1,4056	17,520	1,4020
25,330	1,4090	21,340	1,4054	17,290	1,4018
25,100	1,4088	21,120	1,4052	17,040	1,4016
24,880	1,4086	20,900	1,4050	16,800	1,4014
24,660	1,4084	20,860	1,4048	16,580	1,4012
24,440	1,4082	20,460	1,4046	16,340	1,4010
24,220	1,4080	20,240	1,4044	16,110	1,4008
24,000	1,4078	20,020	1,4042	16,000	1,4007
23,770	1,4076	19,800	1,4040	15,880	1,4006
23,550	1,4074	19,580	1,4038	15,640	1,4004
23,330	1,4072	19,360	1,4036	15,400	1,4002
23,110	1,4070	19,140	1,4034	15,160	1,4000
22,880	1,4068	18,920	1,4032	14,920	1,3998
22,600	1,4066	18,700	1,4030	14,690	1,3996
22,440	1,4064	18,480	1,4028	14,470	1,3994
22,220	1,4062	18,260	1,4026	14,230	1,3992
				14,000	1,3990

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne, Inowrocław i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6069-11

- a) wprowadzono syntetyczny sorbent cząsteczkowy typu A i X w postaci białego proszku,
- b) wprowadzono syntetyczny sorbent cząsteczkowy odmiany 4A w postaci kulek,
- c) wprowadzono syntetyczny sorbent cząsteczkowy odmiany 4AP — wodoodporny,
- d) wprowadzono oznaczanie ścieralności dla wszystkich typów syntetycznego sorbentu cząsteczkowego odmian formowanych w postaci nitek lub kulek,

e) wprowadzono oznaczanie dynamicznej sorpcji pary wodnej dla syntetycznych sorbentów cząsteczkowych odmiany 4A w postaci kulek,

f) wprowadzono oznaczanie sorpcji składnika z mieszanin cieczy dla syntetycznych sorbentów cząsteczkowych typu A i X w postaci białego proszku,

g) wprowadzono oznaczanie wodoodporności dla syntetycznego sorbentu cząsteczkowego odmiany 4AP w postaci kulek.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych ciekłych

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

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-76/M-94060/02 Sita o oczkach okrągłych. Ogólne wymagania i badania

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

PN-82/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Główne wymiary

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-76/5046-02 Opakowanie transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-77/6013-01 Żel krzemionkowy

BN-77/6062-02 Hopkolit

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53 poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 pot. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej RIV (Dz. TiZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

4. Przykłady zastosowania poszczególnych odmian syntetycznych sorbentów cząsteczkowych. Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe charakteryzują się silnymi właściwościami sorpcyjnymi w stosunku do substancji mających wymiar krytyczny cząsteczek mniejszych niż średnica porów sorbentu.

5. Wytyczne użytkowania.— Przed użyciem syntetyczne sorbenty cząsteczkowe zaleca się prażyć w temperaturze 300 ÷ 400°C co najmniej przez 3 h, przy przepływie suchego powietrza lub pod próżnią. Warunki regeneracji syntetycznych sorbentów cząsteczkowych wynikają ze specyfiki procesu technologicznego, w jakim pracuje użyty sorbent, jednak podstawowymi zasadami są następujące:

a) stopniowe podnoszenie temperatury złoża, i to tym wolniej, im bardziej zawilgocony został syntetyczny sorbent cząsteczkowy w procesie adsorpcji;

b) niedopuszczalne jest przekroczenie temperatury 620°C w złożu sorbentu, gdyż może to doprowadzić do zniszczenia struktury wewnętrznej sorbentu i utraty zdolności adsorpcyjnych;

c) w przypadku usuwania substancji organicznych, uprzednio zaadsorbowanych w złożu syntetycznego sorbentu cząsteczkowego, należy dążyć w procesie regeneracji do całkowitego usunięcia zanieczyszczeń, np. przez wypalenie (odkoksowanie porów sorbentu);

d) nie należy stosować syntetycznych sorbentów cząsteczkowych w procesach, w których występują lub powstają substancje o charakterze kwaśnym,

e) nie należy dopuścić do zalania złoża syntetycznego sorbentu cząsteczkowego wodą, gdyż może nastąpić rozłuskanie i zniszczenie kształtu sorbentu.

6. Symbol wg SWW — 1331-46.

7. Autorzy projektu normy — inż. Barbara Koczorowicz, mgr inż. Janina Wojciechowska-Zwolska, Teresa Olejniczak — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne; mgr inż. Anna Milińska — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

Odmiana	Średnica adsorbowanych cząsteczek	Adsorbuje	Nie adsorbuje	Zastosowanie
3A	około 0,38 nm	para wodna (H ₂ O) amoniak (NH ₃)	etan i wyższe węglowodory oraz alkohole	a) osuszanie do punktu rosy poniżej temperatury 80°C gazów w szczególności olefinowych, które w innych typach sit mogą ulec polimeryzacji, b) osuszanie metanolu i etanolu
4A	około 0,4 nm	etanol (C ₂ H ₅ OH) siarkowodór (H ₂ S) tlenek węgla (CO) dwutlenek węgla (CO ₂) dwutlenek siarki (SO ₂) para wodna (H ₂ O) etylen (C ₂ H ₄) etan (C ₂ H ₆) propylen (C ₃ H ₆)	propan i wyższe <i>n</i> -parafiny	a) osuszanie gazów do punktu rosy poniżej temperatury -80°C, b) osuszanie cieczy do zawartości 0,0001 ÷ 0,0003% (m/m) wody, c) rozdział gazów, np. etanu od etylenu, d) usuwanie śladów CO, CO ₂ i H ₂ O z gazów do syntez chemicznych, e) nośnik substancji czynnych, np. etylenu w dojrzewalniach owoców
5A	około 0,45 nm	alkohole i węglowodory prostolącuchowe, H ₂ S, merkaptany prostolącuchowe	węglowodory rozgałęzione i cykliczne zawierające więcej niż 4 atomy węgla w pierścieniu	a) oczyszczanie gazów, b) rozdział i czyszczenie gazów, np. usuwanie H ₂ S z gazów do syntezy, c) usuwanie H ₂ S i niższych merkaptanów z cieczy, d) wydzielanie lub usuwanie związków o budowie normalnej z produktów naftowych, e) wypełnianie kolumn chromatograficznych dla analiz gazów, f) nośniki dla katalizatorów selektywnych
13X	około 0,9 ÷ 1,0	związki o średnicy krytycznej poniżej 0,9 nm, np. dwu- <i>n</i> -propyloamina	związki o średnicy krytycznej większej niż 0,9 nm	poza adsorpcją związków wymienionych przy typach A znajduje przede wszystkim zastosowanie: a) w procesach katalitycznych, b) do syntezy katalizatorów