

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-80 6016-30
	Siarczan glinowy techniczny	Zamiast BN-72/6016-30
		Grupa katalogowa 1014

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan glinowy techniczny otrzymywany przez działanie kwasem siarkowym na wodorotlenek glinowy. Siarczan glinowy ma wzór: jako ciało stałe — $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ i jako roztwór — $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Siarczan glinowy techniczny stosuje się do produkcji papieru, uzdatniania wody, oczyszczania ścieków przemysłu chemicznego, produkcji innych soli glinowych oraz do innych celów.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od zawartości tlenu glinowego (Al_2O_3) rozróżnia się trzy rodzaje siarczanu glinowego technicznego, oznaczone liczbami 14 i 17 oraz literą R (roztwór).

2.2. Odmiany. Ze względu na postać w rodzaju 17 rozróżnia się dwie odmiany oznaczone literami B i M.

Siarczan glinowy rodzaju 14 i rodzaju R jest produkowany w jednej odmianie.

2.3. Przykład oznaczenia siarczanu glinowego technicznego rodzaju 17 odmiany M:

SIARCZAN GLINOWY TECHNICZNY 17M
BN-80/6016-30

3. WYMAGANIA

Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE
I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczan glinowy techniczny rodzaju 14 i 17B nie jest pakowany. Siarczan glinowy techniczny rodzaju 17M należy pakować

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje		
	14	17	R
		Odmiany B M	
a) Postać	nieforemne bryły	mie-lony	roz-twór
b) Barwa	biała z dopuszczalnym odcieniem szarym		szara
c) Tlenku glinowego (Al_2O_3), %, nie mniej niż w granicach	14 —	17 —	— 7 ÷ 10
d) Żelaza w przeliczeniu na Fe_2O_3 , nie więcej niż	0,05		
e) Wolnego kwasu siarkowego (H_2SO_4), %, nie więcej niż	0,5	nie zawiera	0,25
f) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,8	0,3	0,2

po 50 kg w worki papierowe rodzaju OK4+1AS wg PN-76/P-79005, o wymiarach wg PN-82/O-79027, zamykane przez zawijanie lub szycie.

Siarczan glinowy rodzaju R należy dostarczać w cysternach odpornych na działanie roztworu siarczanu glinowego oraz wyposażonych w układ grzewczy i przystosowanych do transportu i rozładunku w okresie niskich temperatur (w porze zimowej). Na każdym opakowaniu transportowym i każdej cysternie należy umieścić trwałe oznakowanie wg PN-85/O-79252, zawierające co najmniej:

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego NIEORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego NIEORGANIKA dnia 3 października 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 28/1980 poz. 113)

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.3,
- c) masę netto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, do formowania jednostek ładunkowych należy używać palet o wymiarach 800×1200 wg PN-81/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 zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Siarczan glinowy techniczny rodzaju 14 i 17 należy przechowywać w krytych i suchych pomieszczeniach magazynowych o utwardzonym podłożu, zapewniających utrzymanie temperatury nie wyższej niż $+30^{\circ}\text{C}$ i zabezpieczających przed wilgocią. Wilgotność względna powietrza w pomieszczeniach magazynowych nie powinna przekraczać 65%. Dopuszcza się piętrzenia opakowań z siarczanem glinowym rodzaju 17M w stosach do 10 warstw dwurzędowych, przylegających do siebie dnami.

Siarczan glinowy techniczny rodzaju R należy przechowywać w zbiornikach stalowych odpornych na działanie roztworu siarczanu glinowego i przystosowanych do podgrzewania za pomocą pary.

4.4. Transport. Siarczan glinowy techniczny rodzaju 14 i 17B przewozi się luzem wagonami kolejowymi otwartymi lub w wapieniarkach.

Ładunek w wagonie otwartym powinien być zabezpieczony plandeką przed zamoknięciem i zanieczyszczeniem.

Siarczan glinowy techniczny rodzaju 17M w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi i ładować zgodnie z aktualnymi Przepisami o ładowaniu i wyładunku wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej oraz z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Opakowania należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego i zabezpieczyć przed przemieszczaniem się w czasie transportu.

Dopuszcza się piętrzenie opakowań do pełnego wykorzystania środka przewozowego. Wystające wewnątrz środka transportu śruby i inne ostre części konstrukcyjne powinny być usunięte lub zabezpieczone, tak aby nie uszkodziły opakowań w czasie transportu. Dopuszcza się przewóz siarczanu glinowego rodzaju 17M w wagonach otwartych, zabezpieczonych plandeką.

Siarczan glinowy techniczny rodzaju R należy przewozić w cysternach wg 4.1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie postaci i barwy (3a i b),
- b) oznaczanie zawartości tlenku glinowego (3c),
- c) oznaczanie zawartości żelaza (3d),
- d) oznaczanie zawartości wolnego kwasu siarkowego (3e),
- e) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3f).

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi zawartość jednego środka transportu lub najwyżej 25 000 kg produktu jednego rodzaju i jednej odmiany.

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

Z przedstawionej do badań partii siarczanu glinowego rodzaju 14 i 17B należy pobrać co najmniej 5 próbek pierwotnych z różnych brył wybranych w sposób losowy. Masa każdej próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 2,5 kg. Próbkę pierwotną należy pobierać z całego przekroju poprzecznego bryły. Próbkę ogólną przed pobraniem średniej próbki laboratoryjnej należy rozdrobnić na mniejsze kawałki o wymiarze nie przekraczającym 1 cm. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g. Dalsze postępowanie z próbką — wg PN-67/C-04500.

Z każdej partii siarczanu glinowego rodzaju 17M należy wylosować opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

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

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

Próbki pierwotne należy pobierać próbnikiem 15 lub 16 wg PN-74/C-60008, z całego pionowego przekroju opakowania. Pobrane próbki pierwotne należy połączyć ze sobą i dokładnie wymieszać. Z tak otrzymanej próbki ogólnej pobrać metodą kwartowania średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g.

Dalsze postępowanie z próbką — wg PN-67/C-04500.

W przypadku dostaw siarczanu glinowego w roztworze, należy pobrać u producenta próbni-

kiem 5 lub 6 wg PN-74/C-60008 próbkę o łącznej objętości około 1 dm³ w czasie napełniania cysterny: na początku napełniania, po napełnieniu około połowy cysterny oraz pod koniec napełniania.

Próbki wszystkich rodzajów siarczanu glinowego do badań rozjemczych należy przechowywać przez 1 miesiąc.

5.4. Przygotowanie produktu do badań. Siarczan glinowy rodzaju 17 i 17B, przeznaczony do badań, należy rozdrobnić w moździerzu porcelanowym.

5.5. Opis badań

5.5.1. Sprawdzenie postaci i barwy produktu należy wykonać wizualnie.

5.5.2. Oznaczanie zawartości tlenu glinowego

5.5.2.1. Zasada metody — zwiążanie glinu w kompleks mianowanym roztworem wersenianu dwusodowego w środowisku kwaśnym i odmiareczkowanie nadmiaru wersenianu mianowanym roztworem soli cynku przy pH=6 wobec oranżu ksylenolowego jako wskaźnika.

5.5.2.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Azotan cynkowy, roztwór ściśle 0,05M, przygotowany wg PN-82/C-04950.
- Bufor octanowy — pH=6: 80 g octanu sodowego bezwodnego cz.d.a. rozpuścić w wodzie, dodać 1,6 cm³ kwasu octowego lodowatego cz.d.a i uzupełnić objętość roztworu wodą do 1 dm³.
- Kwas siarkowy cz.d.a. roztwór 1+4.
- Oranż ksylenolowy, roztwór 0,5-procentowy.
- Papierek wskaźnikowy — czerwien Kongo.
- Wersenian dwusodowy cz.d.a. (sól sodowa kwasu etylenodwuaminoctero-octowego, roztwór 0,05M. Przygotowanie i ustalanie miana — wg PN-82/C-04950.

5.5.2.3. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanego siarczanu glinowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, rozpuścić (w przypadku roztworu rozcieńczyć) w około 100 cm³ gorącej wody i przesączyć roztwór przez średni sączek.

Pozostałość na sączku przemyć wodą do zaniku reakcji na jon siarczanowy (próba z chlorkiem barowym). Przesączyć wody z przemycia zebrać razem do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, objętość roztworu dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Otrzymany roztwór zachować do dalszych oznaczeń.

Pobrać pipetą 25 cm³ otrzymanego roztworu do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i dodać kroplami roztworu kwasu siarkowego do zmiany barwy papierka wskaźnikowego — czerwien Kongo na niebieską. Następnie dodać z biurety roztworu wersenianu dwusodowego.

35 cm³ — w przypadku siarczanu glinowego rodzaju 14,

40 cm³ — w przypadku siarczanu glinowego rodzaju 17,

25 cm³ — w przypadku siarczanu glinowego rodzaju R.

Wymieszać i dodać kroplami roztworu amoniaku do zmiany barwy papierka wskaźnikowego na czerwoną. Roztwór gotować przez 3 min, ostudzić, dodać 15 cm³ buforu octanowego, 3 krople roztworu oranżu ksylenolowego i nadmiar wersenianu odmiareczkować roztworem azotanu cynkowego do zmiany barwy z cytrynowożółtej na fioletoworóżową.

Zawartość tlenu glinowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,002549 \cdot 2 \cdot 100}{m \cdot 25} - X_2 \cdot 0,6384 \quad (1)$$

w którym:

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

V_1 — objętość ściśle 0,05M roztworu azotanu cynkowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru wersenianu, cm³,

m — odważka badanego siarczanu glinowego, g,

X_2 — zawartość żelaza w przeliczeniu na F_2O_3 , %, oznaczona wg 5.5.3,

0,002549 — ilość Al_2O_3 odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g,

0,6384 — współczynnik przeliczeniowy Fe_2O_3 na Al_2O_3 .

5.5.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się najwyżej o 0,3%.

5.5.3. Oznaczanie zawartości żelaza w przeliczeniu na Fe_2O_3

5.5.3.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-81/C-04521/02 p. 3.

5.5.3.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/02 p. 4.

5.5.3.3. Pomiar i przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotowanie krzywej wzorcowej wykonać wg PN-81/C-04521/02 p. 6, odmierzając kolejno: 0, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 50 cm³ roztworu roboczego wzorcowego I. Jako odnośnik stosować roztwór sporządzony ze stosowanych odczynników.

Pomiar absorpcji wykonać przy długości fali 522 nm.

5.5.3.4. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanego siarczanu glinowego, odważonego z dokładnością do 0,001 g, przenieść do zlewki pojemności

150 cm³ i rozpuścić na gorąco w około 50 cm³ wody.

Roztwór przesączyć przez średni sączek do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, pozostałość na sączku przemyć wodą porcjami w takiej ilości, aby objętość przesączu w kolbie wynosiła około 90 cm³, i po ostudzeniu dopełnić wodą do kreski. Sączek z osadem odrzucić.

Do oznaczania pobrać pipetą 10 cm³ roztworu i postępować dalej wg PN-81/C-04521/02 p. 7. Pomiar absorbancji badanej próbki wykonać w odniesieniu do roztworu sporządzonego ze stosowanych odczynników (jak w p. 5.5.3.3). Posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe₂O₃ (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 1,4297 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000} \quad (2)$$

w którym:

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

m — odważka badanego siarczanu glinowego, g,

1,4297 — współczynnik przeliczeniowy Fe na Fe₂O₃.

5.5.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się najwyżej o 0,01%.

5.5.4. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu siarkowego (H₂SO₄)

5.5.4.1. Zasada metody — miareczkowanie wolnego kwasu siarkowego roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej jako wskaźnika, po dodaniu do badanego roztworu obojętnych roztworów chlorku magnezowego i szczawianu potasowego, zapobiegających hydrolizie siarczanu glinowego.

5.5.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek magnezowy cz.d.a., roztwór obojętny 1M: do 25 cm³ 1M roztworu chlorku magnezowego dodać 2 krople roztworu czerwieni metylowej i miareczkować 0,1N roztworem kwasu solnego. W zależności od otrzymanego wyniku miareczkowania zobojętnić przygotowany roztwór chlorku magnezowego odpowiednią ilością kwasu solnego.

b) Czerwień metylowa, roztwór etanolowy 0,2-procentowy.

c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

d) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1N.

e) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

f) Szczawian potasowy cz.d.a., roztwór obojętny 1M: do 25 cm³ 1M roztworu szczawianu potasowego dodać 25 cm³ 1M obojętnego roztworu chlorku

magnezowego, dwie krople roztworu czerwieni metylowej i miareczkować 0,1N roztworem kwasu siarkowego. W zależności od otrzymanego wyniku miareczkowania zobojętnić przygotowany roztwór szczawianu potasowego odpowiednią ilością kwasu siarkowego.

g) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

5.5.4.3. Wykonanie oznaczania. Z roztworu przygotowanego wg 5.5.2.3 pobrać pipetą 25 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 4 ÷ 5 kropli roztworu nadtlenu wodoru i odstawić na 3 ÷ 4 min. Następnie dodać 25 cm³ roztworu szczawianu potasowego, 6 kropli roztworu czerwieni metylowej, 25 cm³ roztworu chlorku magnezowego i zawartość kolby dokładnie wymieszać. Zabarwienie się badanego roztworu na czerwono świadczy o obecności wolnego kwasu siarkowego. Należy wówczas zawartość kolby miareczkować powoli, intensywnie mieszając, roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy roztworu na żółtą. Jednocześnie wykonać próbę kontrolną. W tym celu odmierzyć do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i 50 cm³ wody, dodać wszystkie odczynniki używane do przygotowania próbki analitycznej i w przypadku pojawienia się czerwonego zabarwienia miareczkować jak podano poprzednio.

Zawartość wolnego kwasu siarkowego (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0049 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanego roztworu, cm³,

*V*₁ — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próby kontrolnej, cm³,

m — odważka badanego siarczanu glinowego wg 5.5.2.3, g,

0,0049 — ilość kwasu siarkowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.5.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się najwyżej o 0,05%.

5.5.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.5.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

5.5.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g badanego siarczanu glinowego, z dokładnością do 0,1 g, przenieść do kolby stożkowej pojem-

ności 300 cm³ i rozpuścić na gorąco w 200 cm³ wody.

Otrzymany roztwór przesączyć przez wysuszony uprzednio do stałej masy i zważony sączek szklany z dnem porowatym G4. Osad na sączku przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon siarczanowy (do kilku kropli wody z przemycia spływającej z lejka dodać kroplę roztworu kwasu solnego i kroplę roztworu chlorku barowego; brak zmętnienia świadczy o nieobecności siarczanu). Sączek wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105°C i zważyć.

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

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

m_1 — masa tygla z osadem, g,

m_2 — masa tygla, g,

m — odważka badanego siarczanu glinowego, g.

5.5.5.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się najwyżej o 0,02%.

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

5.7. Ocena wyników badań. Badaną partię siarczanu glinowego technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.5 są zgodne z wymaganiami wg tabl. 1.

5.8. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii siarczanu glinowego 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 BN-72/6016-30

- a) nie uwzględniono gatunków 14—II i 14—III,
- b) wprowadzono podział na odmiany w rodzaju 17,
- c) wprowadzono nowy rodzaj — siarczan glinowy w roztworze,
- d) obniżono zawartość żelaza z 0,1 do 0,05%,
- e) zmieniono metodę oznaczania żelaza,
- f) zmodyfikowano metodę oznaczania wolnego kwasu siarkowego,
- g) uaktualniono warunki pakowania, przechowywania i transportu.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

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

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

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

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

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 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

NRD TGL 7751 1969 Grundchemikalien. Aluminiumsulfat technisch

RFN DIN 19600 (1969) Aluminiumsulfat zur Wasseraufbereitung Technische Lieferbedingungen

ZSRR ГОСТ 12966-79 Алюминий сернокислый технический очищенный

5. Symbol wg SWW — 1221-515.

6. Autorzy projektu normy — mgr Romuald Zagierski, inż. Józef Cielma — Wrocławskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego

7. Wydanie 4 — stan aktualny: marzec 1988 — uaktualniono normy związane.