

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-86
	Siarczan sodowy bezwodny techniczny		6016-52
			Zamiast BN-76/6016-52
			Grupa katalogowa 1014

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan sodowy bezwodny techniczny, otrzymywany jako produkt uboczny przy produkcji włókien sztucznych oraz przy produkcji kwasu solnego z soli przemysłowej i kwasu siarkowego.

1.2. Zakres stosowania normy. Siarczan sodowy bezwodny techniczny stosowany jest głównie jako surowiec do produkcji szkła zwykłego i optycznego, w przemyśle papierniczym, włókienniczym, kosmetycznym, garbarskim i innych oraz w chemii gospodarczej.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. Ze względu na postać rozróżnia się trzy odmiany siarczanu sodowego bezwodnego technicznego, oznaczone:

- P — proszek,
- M — mielony,
- B — w bryłach.

2.2. Rodzaje. W zależności od gęstości nasypowej rozróżnia się w odmianie P dwa rodzaje, oznaczone:

- L — lekki,
- C — ciężki.

2.3. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się w odmianach M i B dwa gatunki oznaczone rzymskimi cyframi I i II.

2.4. Przykład oznaczenia

a) siarczanu sodowego bezwodnego technicznego w proszku, rodzaju lekkiego:

SIARCZAN SODOWY BEZWODNY TECHNICZNY P
BN-86/6016-52

b) siarczanu sodowego bezwodnego technicznego mielonego, gatunku II:

SIARCZAN SODOWY BEZWODNY TECHNICZNY M II
BN-86/6016-52

3. WYMAGANIA

Wymagania dotyczące poszczególnych odmian, rodzajów i gatunków — wg tabl. I.

Tablica I

Wymagania	Odmiany					
	P		M		B	
	Rodzaje		Gatunki			
	L	C	I	II	I	II
I	2	3	4	5	6	7
a) Postać	drobno krystaliczny proszek biała		proszek krystaliczny biała z odcieniem lekko żółtym lub szarym		nieregularne ziarna i bryły	
b) Barwa						
c) Siarczanu sodowego (Na ₂ SO ₄), % (m/m), co najmniej	98		95	91	95	91
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), najwyżej	0,5 ¹⁾		1	2,5	1	2,5
e) Wolnych kwasów w przeliczeniu na H ₂ SO ₄ , % (m/m), najwyżej	0,1		1	3	1	3
f) Żelaza (Fe ³⁺), % (m/m), najwyżej	0,05		0,20	0,25	0,20	0,25
g) Siarczanu cynkowego (ZnSO ₄), % (m/m), najwyżej	0,5		nie normalizuje się			
h) Metali ciężkich (Pb), % (m/m), najwyżej	0,001		nie normalizuje się			
i) Chlorków w przeliczeniu na NaCl, % (m/m), najwyżej	0,2		1,5	4	1,5	4
j) Substancji organicznych			wg 5.4.10			

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 25 sierpnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1987, poz. 16)

cd. tabl. 1

Wymagania	Odmiany					
	P		M		B	
	Rodzaje		Gatunki			
	L	C	I	II	I	II
1	2	3	4	5	6	7
k) Gęstość nasypowa kg/m ³ , w granicach l) Uziarnienie — odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 1 mm, % (m/m), najwyżej — zawartość klasy ziarnowej 0,5÷1 mm, % (m/m), najwyżej — przesiew przez sito o boku oczek kwadratowych, 0,5 mm, % (m/m), co najmniej	350÷520 nie normalizuje się	1000÷1400 nie normalizuje się	nie normalizuje się nie normalizuje się			
			0 ²⁾			
			10 ²⁾			
			90 ²⁾			
¹⁾ Na podstawie uzgodnienia pomiędzy dostawcą i odbiorcą zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie może wynosić najwyżej 0,2% (m/m). ²⁾ Na podstawie uzgodnienia pomiędzy dostawcą i odbiorcą dopuszcza się inne uziarnienie produktu.						

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczan sodowy bezwodny techniczny odmiany P rodzaju I, należy pakować po 30 kg w worki polietylenowe wg BN-84/6414-06.

Siarczan sodowy bezwodny techniczny odmiany P rodzaju C i odmiany M należy pakować po 50 kg w worki polietylenowe wg BN-84/6414-06.

Siarczan sodowy bezwodny techniczny odmiany B należy pakować w worki papierowe wg PN-76/P-79005, trzywarstwowe z jedną wkładką asfaltową, o wymiarach zgodnych z PN-82/O-79027, pojemności 50 kg. Dopuszcza się dostawy luzem siarczanu sodowego bezwodnego technicznego odmiany B.

Dopuszcza się dostarczanie siarczanu sodowego bezwodnego technicznego w innym opakowaniu, uzgodnionym między producentem, odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczającym produkt przed zmianami jakości w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie oraz mającym wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.4,
- masę netto i brutto,
- numer partii lub datę produkcji,
- liczbę warstw składowania wg tabl. 2,
- liczbę warstw ładowania wg tabl. 2.

Technika znakowania opakowań transportowych — wg PN-85/O-79252.

W przypadku produktu wysyłanego luzem, należy do każdej jednostki transportowej dołączyć dokument zawierający dane wg a) ÷ d).

Tablica 2

Odmiana i rodzaj siarczanu sodowego bezwodnego technicznego	Dopuszczalna liczba warstw	
	składowania	ładowania
PL	10	8
PC lub M	5	5
B	6	5

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200-EUR wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed deformacją i przesuwaniem się tak, aby wraz z paletą tworzył zwartą stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Siarczan sodowy bezwodny techniczny należy przechowywać w suchych i czystych pomieszczeniach. Liczba warstw worków ułożonych płasko w stosie — wg tabl. 2.

4.4. Transport. Siarczan sodowy bezwodny techniczny należy przewozić czystymi krytymi środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami¹⁾. Ładunek powinien być rozłożony równomiernie w sposób zabezpieczający przed przemieszczaniem opakowań oraz wzajemnym uszkodzeniem. Liczba warstw ładowania worków w stosie wg tabl. 2.

Produkt nie jest materiałem niebezpiecznym i nie stanowi zagrożenia podczas transportu.

5. BADANIA

5.1. Program badań. Rodzaje i grupy badań podano w tabl. 3.

Tablica 3

Rodzaje badań	Grupa badań	
	pełne	niepełne
a) Badanie postaci i barwy	+	+
b) Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego	+	+
c) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+	+
d) Oznaczanie zawartości wolnych kwasów	+	
e) Oznaczanie zawartości żelaza	+	+
f) Oznaczanie zawartości siarczanu cynkowego	+	
g) Oznaczanie zawartości metali ciężkich	+	

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

cd. tabl. 3

Rodzaje badań	Grupa badań	
	pełne	niepełne
h) Oznaczanie zawartości chlorków	+	+
i) Oznaczanie substancji organicznych	+	+
j) Oznaczanie gęstości nasypowej	+	+
k) Badanie uziarnienia	+	+
+ oznacza obowiązek przeprowadzenia badania.		

Badania niepełne należy przeprowadzać przy kontroli każdej partii produktu.

Badania pełne należy przeprowadzać okresowo, co najmniej raz w kwartale, a także w przypadku reklamacji jakości partii oraz przy istotnych zmianach w technologii produkcji.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 20 t siarczanu sodowego bezwodnego technicznego jednej odmiany i jednego rodzaju lub jednego gatunku przeznaczonych 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 liczności partii liczbę opakowań wg tabl. 4.

Tablica 4

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
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, każda o masie co najmniej 100 g. Probki należy pobierać próbnikiem nr 15 lub 16 wg PN-74/C-60008, zanurzając go do około $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania.

W przypadku produktu wysyłanego luzem próbki należy pobierać próbnikiem nr 15 lub 16 wg PN-74/C-60008 z każdego środka transportowego, nie mniej niż z 5 miejsc załadowanej powierzchni.

Dopuszcza się pobieranie próbek przy napełnianiu worków lub wagonów u dostawcy w sposób określony powyżej.

Pobrane próbki pierwotne należy połączyć w próbkę ogólną, z której po dokładnym wymieszaniu należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g.

5.4. Opis badań

5.4.1. Postanowienia ogólne. Przy wykonywaniu analizy należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub o równoważnej czystości.

5.4.2. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego metodą wagową¹⁾

5.4.2.1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasu solnego i azotowego, strącenie wodorotlenków i szczawianów jonów metali wielowartościowych oraz oddzielenie osadu.

Odparowanie części przesącza i wyprażenie pozostałości z kwasem siarkowym, a w końcu z węglem amonowym w temperaturze 650°C do stałej masy. Metodę należy stosować obowiązkowo w przypadku analiz rozjemczych.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy, roztwór o $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)$ około 2 mol/l.
- Kwas solny (1,19), roztwór 1+1 oraz roztwór o $c(HCl) = 0,1$ mol/l przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.1.
- Kwas azotowy (1,4).
- Amoniak, roztwór 25% (m/m).
- Szczawian amonowy, roztwór 4% (m/m) i 0,1% (m/m).
- Węglan amonowy, roztwór nasycony.
- Chlorek barowy, roztwór 10% (m/m).
- Oranż metylowy, roztwór 0,1% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

5.4.2.3. Oznaczanie alkaliczności próbek. Jeżeli podczas oznaczania zawartości wolnych kwasów wg 5.4.5.3 roztwór próbki po dodaniu roztworu oranżu metylowego zabarwi się na żółto, należy oznaczać jej alkaliczność w przeliczeniu na Na_2CO_3 .

W tym celu odważyć około 10 g próbki z dokładnością do 0,01 g, odważyć przenieść do zlewki pojemności 250 ml, rozpuścić w 100 ml wody, ogrzać do temperatury 50 ÷ 60°C i utrzymywać w tym stanie przez 10 min. Następnie dodać 2 ÷ 3 krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego o $c(HCl) = 0,1$ mol/l do pomarańczoworóżowego (oranżowego) zabarwienia.

Alkaliczność w przeliczeniu na Na_2CO_3 (X_o) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_o = \frac{V \cdot 0,0053 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,53}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu kwasu solnego o $c(HCl) = 0,1000$ mol/l zużytego do miareczkowania, ml,

m — masa odważki próbki, g,

0,0053 — ilość węglanu sodowego równoważna 1 ml kwasu solnego o $c(HCl) = 0,1000$ mol/l, g.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g próbki z dokładnością do 0,001 g, odważyć przenieść do zlewki pojemności 250 ml, rozpuścić w 100 ml wody oraz 5 ml kwasu solnego (1,19) i 0,5 ml kwasu azotowego. Roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie przez 10 min, następnie wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego dodać roztworu amoniaku do odczynu alkalicznego oraz 10 ml 4% (m/m) roztworu szczawianu amonowego. Ponownie ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie 10 min, po czym

¹⁾ Metoda zgodna z ISO/DP 5142 (1985).

zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym oraz pozostawić w temperaturze pokojowej przez 15 min. Zawartość zlewki przesączyć przez twardy sączonek bibułowy do kolby pomiarowej pojemności 250 ml. Osad na sączku przemyć 0,1% (*m/m*) roztworem szczawianu amonowego do ujemnej reakcji na jon siarczanowy (po dodaniu 0,5 ml roztworu kwasu solnego (1+1) oraz 1 ml roztworu chlorku barowego do 5 ml przesączu nie pojawia się zmętnienie w ciągu 5 min). Roztwór z przemycia dołączyć do przesączu w kolbie, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Do parownicy platynowej, uprzednio wyprażonej do stałej masy w temperaturze $650 \pm 20^\circ\text{C}$, odmierzyć 50,0 ml roztworu z kolby. Parownicę umieścić na siatce azbestowej oraz ogrzewać pod włączonym wyciągiem na gorącej płytce elektrycznej lub małym płomieniem palnika, zatażając roztwór aż do konsystencji pasty. Parownicę przenieść na trójkąt porcelanowy do tygli i ogrzewać małym płomieniem palnika do całkowitego odparowania cieczy, po czym bezzwłocznie umieścić w piecu o temperaturze $650 \pm 20^\circ\text{C}$ na 15 min. Następnie parownicę ochłodzić do temperatury pokojowej, zwilżyć wyprażoną pozostałość $2 \div 3$ ml roztworu kwasu siarkowego, odparować (na palniku lub płytce elektrycznej) do sucha i ponownie umieścić w piecu na 20 min. Po raz drugi parownicę ochłodzić, pozostałość zwilżyć małą ilością roztworu węglanu amonowego i odparować do sucha. W końcu parownicę z pozostałością wyprażyć w piecu w temperaturze $650 \pm 20^\circ\text{C}$ do stałej masy, ostudzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość siarczanu sodowego (X_1) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50} - (X_o \cdot 1,340 + X_3 \cdot 1,449 + X_6 \cdot 1,2153) =$$

$$= \frac{m_1 \cdot 500}{m} - (X_o \cdot 1,340 + X_3 \cdot 1,449 + X_6 \cdot 1,2153) \quad (2)$$

w którym:

- m_1 — masa wyprażonego osadu w parownicy platynowej, g,
- m — masa odważki próbki, g,
- X_o — alkaliczność oznaczona wg 5.4.2.3, % (*m/m*); jeżeli roztwór próbki ma odczyn kwaśny wobec oranżu metyloвого $X_o = 0$,
- X_3 — zawartość wolnych kwasów oznaczona wg 5.4.5 % (*m/m*); jeżeli roztwór próbki ma odczyn alkaliczny wobec oranżu metylowego $X_3 = 0$;
- X_6 — zawartość chlorków oznaczona wg 5.4.9, % (*m/m*),
- 1,340 — współczynnik przeliczeniowy Na_2CO_3 na Na_2SO_4 ,
- 1,449 — współczynnik przeliczeniowy H_2SO_4 na Na_2SO_4 ,
- 1,2153 — współczynnik przeliczeniowy NaCl na Na_2SO_4 .

5.4.2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5% wyniku niższego.

5.4.3. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego metodą objętościową

5.4.3.1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i oddzielenie substancji nierozpuszczalnych. Wytrącenie siarczanów w środowisku półwodnym słabo kwaśnym roztworem chlorku barowego, dodanego w nadmiarze. Odmiareczkowanie nadmiaru chlorku barowego roztworem siarczanu potasowego wobec rodizonianu sodowego jako wskaźnika.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol metyloowy lub aceton.
- b) Kwas solny (1,19) i roztwór o $c(\text{HCl})$ około 1 mol/l.
- c) Kwas siarkowy, roztwór 1+2.
- d) Kwas azotowy, roztwór 5% (*m/m*).
- e) Azotan srebrny, roztwór o $c(\text{AgNO}_3)$ około 0,05 mol/l.
- f) Chlorek amonowy, roztwór 20% (*m/m*).
- g) Kwas octowy, roztwór 10% (*m/m*).
- h) Amoniak, roztwór 1+1.
- i) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH})$ około 2 mol/l.
- j) Chlorek barowy, roztwór mianowany o $c\left(\frac{1}{2} \text{BaCl}_2\right) = 0,2$ mol/l, przygotowany przez rozpuszczenie 24,5 g chlorku barowego $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i dopełnienie wodą do kreski. Po upływie 24 h roztwór należy przesączyć przez twardy sączonek.

Mianowanie roztworu przeprowadzić w następujący sposób: do zlewki pojemności 250 ml odmierzyć biuretą 10,0 ml roztworu chlorku barowego, rozcieńczyć wodą do objętości 100 ml i po dodaniu 1 ml kwasu solnego (1,19) ogrzać do wrzenia. Do wrzącego roztworu dodawać powoli kroplami, mieszając cały czas 5 ml roztworu kwasu siarkowego.

Roztwór utrzymywać w stanie wrzenia jeszcze w ciągu kilku minut, nie przerywając mieszania. Następnie nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na łaźni wodnej w temperaturze 60°C na 4 h lub w temperaturze otoczenia na 12 h. Osad odsączyć przez twardy sączonek bibułowy i przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (po dodaniu 0,5 ml roztworu kwasu azotowego oraz $2 \div 3$ kropli roztworu azotanu srebrnego do 5 ml przesączu nie pojawia się zmętnienie w ciągu 5 min). Sączonek z osadem umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu porcelanowym, wysuszyć w suszarce, w temperaturze $110 \pm 2^\circ\text{C}$. Następnie spopielić, uważając, aby bibuła nie paliła się płomieniem i wyprażyć do stałej masy w temperaturze $800 \pm 25^\circ\text{C}$. Następnie zwilżyć osad 1 kroplą kwasu siarkowego, odparować do sucha i ponownie wyprażyć i zważyć.

W przypadku wyraźnej zmiany masy powtórzyć traktowanie kwasem siarkowym. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia w tych samych warunkach.

Współczynnik molarności roztworu chlorku barowego o $c(\frac{1}{2} \text{BaCl}_2) = 0,2 \text{ mol/l}$ (K_1) obliczyć wg wzoru

$$K_1 = \frac{m \cdot 0,5884}{0,13734} = m \cdot 4,28426 \quad (3)$$

w którym:

m — masa wyprażonego osadu, g,

0,5884 — współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na Ba,

0,13734 — zawartość baru w 10 ml roztworu chlorku barowego o $c(\frac{1}{2} \text{BaCl}_2) = 0,2000 \text{ mol/l}$, g.

Za wynik końcowy mianowania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, dla których różnica między wynikami skrajnymi nie przekracza 0,5% wyniku niższego.

k) Siarczan potasowy, roztwór mianowany o $c(\frac{1}{2} \text{K}_2\text{SO}_4) = 0,2 \text{ mol/l}$. Mianowanie roztworu przeprowadzić w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć biuretą 15,0 ml roztworu chlorku barowego o $c(\frac{1}{2} \text{BaCl}_2) = 0,2 \text{ mol/l}$. Następnie dodać 10 ml roztworu chlorku amonowego, 5 ml roztworu kwasu octowego, 30 ml alkoholu metylowego, kilka kropeł roztworu rodizonianu sodowego i miareczkować roztworem siarczanu potasowego do zmiany barwy wskaźnika z czerwonej na żółtą.

Miareczkowanie należy prowadzić powoli, dodając odczynnik kroplami i stale mieszając roztwór. W celu wyraźniejszej zmiany barwy w punkcie równowagowym dodać pod koniec miareczkowania jeszcze parę kropeł rodizonianu i roztworu amoniaku. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe miareczkowania w tych samych warunkach.

Współczynnik molarności roztworu siarczanu potasowego o $c(\frac{1}{2} \text{K}_2\text{SO}_4) = 0,2 \text{ mol/l}$ (K_2) obliczyć wg wzoru

$$K_2 = \frac{15 \cdot K_1}{V} \quad (4)$$

w którym:

K_1 — współczynnik molarności roztworu chlorku barowego, oznaczony wg 5.4.3.2j),

V — objętość roztworu siarczanu potasowego zużytego do miareczkowania, ml.

Za wynik końcowy mianowania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, dla których różnica między wynikami skrajnymi nie przekracza 0,5% wyniku niższego.

l) Oranż metylowy, roztwór 0,1% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

m) Rodizonian sodowy, roztwór nasycony, przygotowany bezpośrednio przed wykonaniem analizy, przez rozpuszczenie szczypty wskaźnika w kilku mililitrach wody.

Sprawdzenie przydatności roztworu wskaźnika przeprowadzić miareczkując roztwór siarczanu potasowego roztworem chlorku barowego wg 5.4.3.2k). Zabarwienie roztworu miareczkowanego w punkcie końcowym miareczkowania powinno zmienić się z czerwonego na żółte od jednej kropli titranta.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g próbki z dokładnością do 0,01 g, odważkę przenieść do zlewki pojemności 600 ml, rozpuścić w 350 ml wody i dodać 3 krople roztworu oranżu metylowego. W przypadku żółtego zabarwienia roztworu dodawać kroplami roztwór kwasu solnego o $c(\text{HCl})$ około 1 mol/l, aż do zmiany barwy na pomarańczoworóżową (oranżową); natomiast w przypadku zabarwienia czerwonego lub różowego dodawać kroplami roztwór wodorotlenku sodowego aż do zmiany barwy na żółtą. Następnie dodać roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl})$ około 1 mol/l do uzyskania pomarańczoworóżowego (oranżowego) zabarwienia. Do tak zubożonego roztworu dodać 25 ml kwasu solnego (1,19). Roztwór ogrzewać mieszając w ciągu 10 min w temperaturze bliskiej wrzenia, a następnie przykryć szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na wrzącej łaźni wodnej na 30 min.

Po ostudzeniu przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml dopełnić wodą do kreski w temperaturze 20°C i wymieszać. Następnie roztwór z kolby przesączyć przez suchy sącdek z bibuły o średniej gęstości do suchego naczynia (roztwór A).

Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć biuretą 15,0 ml roztworu A i zubożyć roztworem amoniaku wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego. Do roztworu dodać 10 ml roztworu chlorku amonowego, 5 ml roztworu kwasu octowego oraz 40 ml alkoholu metylowego (zawartość alkoholu metylowego w roztworze badanym powinna wynosić co najmniej 50% (V/V)). Następnie odmierzyć z biurety, po kropli, stale mieszając, 15 ml roztworu chlorku barowego i dodać kilka kropeł roztworu rodizonianu sodowego. Nadmiar jonów barowych odmiareczkować roztworem siarczanu potasowego do zmiany barwy wskaźnika na żółtą. Miareczkować powoli, dodając odczynnik kroplami i stale mieszając roztwór. W celu wyraźniejszej zmiany barwy pod koniec miareczkowania dodać jeszcze parę kropeł roztworu rodizonianu sodowego i roztworu amoniaku.

Zawartość siarczanu sodowego (X_1) obliczyć w % wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot 0,0142 \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot 15} - (X_3 \cdot 1,4482 + X_4 \cdot 2,5433 + X_5 \cdot 0,8798) = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot 94,67}{m} - (X_3 \cdot 1,4482 + X_4 \cdot 2,5433 + X_5 \cdot 0,8798) \quad (5)$$

w którym:

- V_1 — objętość roztworu chlorku barowego dodanego w nadmiarze do części roztworu A odmierzonej do miareczkowania, ml,
 K_1 — współczynnik molarności roztworu chlorku barowego oznaczony wg 5.4.3.2j),
 V_2 — objętość roztworu siarczanu potasowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru chlorku barowego, ml,
 K_2 — współczynnik molarności roztworu siarczanu potasowego oznaczony wg 5.4.3.2k),
 m — masa odważki próbki, g,
 X_3 — zawartość wolnych kwasów oznaczona wg 5.4.5% (m/m),
 X_4 — zawartość żelaza oznaczona wg 5.4.6, % (m/m),
 X_5 — zawartość siarczanu cynkowego oznaczona wg 5.4.7, % (m/m),
 0,0142 — ilość siarczanu sodowego równoważna 1 ml roztworu chlorku barowego o $c(\frac{1}{2} \text{BaCl}_2) = 0,2000 \text{ mol/l}$, g,
 1,4482 — współczynnik przeliczeniowy H_2SO_4 na Na_2SO_4 ,
 2,5433 — współczynnik przeliczeniowy Fe^{3+} na Na_2SO_4 ,
 0,8798 — współczynnik przeliczeniowy ZnSO_4 na Na_2SO_4 .

5.4.3.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5% wyniku niższego.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.4.1. Zasada metody. Rozpuszczenie badanej próbki na gorąco w wodzie, odsączenie nierozpuszczonej pozostałości na lejku lub tyglu ze spiekim szklanym i zważenie jej po wysuszeniu w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek barowy, roztwór 10% (m/m).
 b) Kwas solny, roztwór 1+1.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g próbki z dokładnością do 0,01 g, odważkę przenieść do zlewki pojemności 400 ml, rozpuścić w 200 ml wody, ogrzać do temperatury $95 \div 98^\circ\text{C}$ i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 15 min, mieszając kilkakrotnie zawartość zlewki. Otrzymywany roztwór przesączyć przez czysty, wysuszony uprzednio w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$ i zważony lejek lub tygiel szklany o średnicy porów $5 \div 15 \mu\text{m}$ (G-4). Lejek lub tygiel z pozostałością przemyć wodą do zaniku reakcji na jon siarczanowy (po dodaniu 0,5 ml roztworu kwasu solnego oraz 1 ml roztworu chlorku barowego do 5 ml przesączu nie pojawia się zmętnienie w ciągu 5 min), a następnie wysuszyć do stałej masy w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$. Przesącz i wody z przemycia przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B).

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} \quad (6)$$

w którym:

- m_1 — masa tygla z substancjami nierozpuszczalnymi, g,
 m_2 — masa tygla, g,
 m — masa odważki próbki, g.

5.4.4.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów

5.4.5.1. Zasada metody. Rozpuszczanie próbki w wodzie i miareczkowanie roztworem wodorotlenku sodowego wobec oranżu metylowego jako wskaźnika.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.

b) Oranż metylowy, roztwór 0,1% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g próbki siarczanu sodowego bezwodnego technicznego odmiany P z dokładnością do 0,01 g. W przypadku badania siarczanu sodowego bezwodnego odmiany M lub B odważyć 1 g próbki z tą samą dokładnością. Odważkę rozpuścić w 100 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 300 ml. Do roztworu dodać $2 \div 3$ krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia wskaźnika z czerwonego na żółte.

Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na H_2SO_4 (X_3) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0049 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,49}{m} \quad (7)$$

w którym:

- V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,
 m — masa odważki próbki, g,
 0,0049 — ilość kwasu siarkowego równoważna 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.4.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza należy wykonać metodą fotokolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwi-pirydylu wg PN-81/C-04521/02 z następującymi zmianami i zaleceniami dodatkowymi:

a) w celu przygotowania skali wzorców odmierzyć do kolb pomiarowych pojemności 100 ml kolejno: 0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 ml roztworu wzorcowego ro-

boczego I żelaza wg PN-81/C-04521/02 p. 4g), co odpowiada: 0; 0,02; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 mg Fe,

b) redukcję związków żelaza należy przeprowadzać roztworem chlorowodoru hydroksyloaminy,

c) przy sporządzaniu skali wzorców i oznaczaniu żelaza w próbce analitycznej nie dodawać kwasu cytrynowego,

d) absorbancję roztworów mierzyć przy długości fali 522 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm względem roztworu skali wzorców nie zawierającego roztworu wzorcowego roboczego żelaza,

e) próbkę analityczną do oznaczania zawartości żelaza przygotować w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 20,0 ml roztworu A wg 5.4.3.3 w przypadku badania próbki siarczany sodowego bezwodnego technicznego odmiany P, albo 5,0 ml tego roztworu w przypadku siarczany sodowego bezwodnego technicznego odmian M lub B i po dodaniu 10 ml roztworu kwasu solnego rozcieńczyć wodą do objętości 50 ml,

f) zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe^{3+} (X_4) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m \cdot V} \quad (8)$$

w którym:

m_1 — zawartość żelaza w roztworze próbki analitycznej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m_2 — zawartość żelaza w próbce kontrolnej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — masa odważki próbki, g,

V — objętość roztworu próbki odmierzona do oznaczania, ml.

g) Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczany cynkowego

5.4.7.1. Zasada metody. Związanie cynku i żelaza w środowisku kwaśnym roztworem wersenianu dwusodowego. Podwyższenie pH roztworu do 5 i odmiareczkowanie nadmiaru wersenianu dwusodowego roztworem cynku wobec dwumetylonaftydyny jako wskaźnika. Obliczenie zawartości siarczany cynku z różnicy oznaczanej sumy i żelaza oznaczonego metodą kolorymetryczną.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, roztwór 1+1.

b) Bufor octanowy o pH 5 przygotowany w następujący sposób: 500 g octanu amonowego rozpuścić w 300 ml wody, dodać 20 ml kwasu octowego lodowatego, rozcieńczyć wodą do objętości 1 l i wymieszać.

c) 3,3'-dwumetylonaftydyna roztwór 0,3% (m/m) w roztworze kwasu octowego 1+1.

d) Octan cynkowy, roztwór mianowany o $c[Zn(CH_3COO)_2] = 0,02$ mol/l.

e) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o $c[Na_2(EDTA)] = 0,02$ mol/l.

f) Żelazicyjanek potasowy, roztwór 0,2% (m/m).

g) Żelazocyjanek potasowy, roztwór 0,1% (m/m).

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. 200 ml roztworu A przygotowanego wg 5.4.3.3 odmierzyć do zlewki pojemności 400 ml i odparować do objętości około 100 ml. Następnie przenieść roztwór ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 ml. Dodać z biurety 10 ml roztworu wersenianu dwusodowego, 20 ml buforu octanowego, ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie w ciągu 5 min. Po ostudzeniu podwyższyć pH roztworu, dodając roztworu amoniaku do pH 5, a następnie dodać po 1 ml roztworów żelazicyjanku potasowego, żelazocyjanku potasowego i dwumetylonaftydyny. Nadmiar wersenianu odmiareczkować roztworem octanu cynkowego do uzyskania różowego zabarwienia wskaźnika.

Zawartość siarczany cynkowego (X_5) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00323 \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot 200} - X_4 \cdot 2,89 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 1,615}{m} - X_4 \cdot 2,89 \quad (9)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o $c[Na_2(EDTA)] = 0,0200$ mol/l dodanego w nadmiarze do roztworu próbki, ml,

V_2 — objętość roztworu octanu cynkowego o $c[Zn(CH_3COO)_2] = 0,0200$ mol/l użytego do odmiareczkowania nadmiaru wersenianu dwusodowego, ml,

m — masa odważki próbki, g,

X_4 — zawartość żelaza w próbce oznaczona wg 5.4.6, % (m/m),

0,00323 — ilość siarczany cynkowego równoważna 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c[Na_2(EDTA)] = 0,0200$ mol/l, g.

2,89 — współczynnik przeliczeniowy Fe na $ZnSO_4$.

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 5% wyniku niższego.

5.4.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich należy wykonać metodą siarkowodorową zgodnie z PN-80/C-04515 p. 2.3, odmierzając do analizy 50,0 ml roztworu B przygotowanego wg 5.4.4.3. Do roztworu porównawczego należy dodać 0,01 mg Pb .

5.4.9. Oznaczanie zawartości chlorków¹⁾

5.4.9.1. Zasada metody. Miareczkowanie jonów chlorkowych solą rtęci dwuwartościowej wobec dwufenylokarbazonu jako wskaźnika.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy, roztwór 1+1.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(NaOH)$ około 0,2 mol/l.

c) Chlorek sodowy, roztwór wzorcowy o $c(NaCl) = 0,0200$ mol/l przygotowany w następujący sposób: 1,1691 g chlorku sodowego wyprażonego uprzednio w temperaturze 400°C rozpuścić w wodzie w kolbie

¹⁾ Metoda zgodna z ISO/DP 3236 (1985).

miarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

d) Roztwór porównawczy dla oceny punktu końcowego miareczkowania, przygotowany w następujący sposób: do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć 200 ml wody, 5 kropeł roztworu błękitu bromofenolowego i dodawać kroplami roztwór kwasu azotowego do zmiany zabarwienia z niebieskiego na żółte, a następnie 3 krople tego kwasu w nadmiarze. Zmierzyć pH roztworu, które powinno wynosić 2,0 (przy innej wielkości pH należy doprowadzić je do 2,0 dodając odpowiednią ilość roztworu kwasu azotowego lub wodorotlenku sodowego). Następnie przenieść roztwór ilościowo do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 1,5 ml roztworu dwufenylokarbazonu i możliwie najmniejszą ilość roztworu azotanu rtęciowego, niezbędną dla zmiany zabarwienia roztworu z żółtego na różowofioletowe (około 1 kropla) i zanotować ilość dodanego titranta.

e) Azotan rtęciowy, roztwór mianowany o $c[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,02 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób: 3,34 g azotanu rtęciowego, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, rozpuścić w wodzie, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Mianowanie roztworu wykonać w następujący sposób: do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć biureta 10,0 ml roztworu wzorcowego chlorku sodowego, dodać 180 ml wody, 5 kropeł roztworu błękitu bromofenolowego i kroplami roztwór kwasu azotowego do zmiany zabarwienia z niebieskiego na żółte, a następnie 3 krople tego kwasu w nadmiarze. Sprawdzić i ewentualnie skorygować pH roztworu jak w 5.4.9.2d), które powinno wynosić 2,0. Roztwór przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 1,5 ml roztworu dwufenylokarbazonu i miareczkować roztworem azotanu rtęciowego do zabarwienia identycznego z zabarwieniem roztworu porównawczego (5.4.9.2d). Porównanie zabarwień roztworów należy przeprowadzać przy równej ich objętości. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe miareczkowania w tych samych warunkach.

Współczynnik molarności roztworu azotanu rtęciowego o $c[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,02 \text{ mol/l}$ (K_3) obliczyć wg wzoru

$$K_3 = \frac{10}{V_1 - V_o} \quad (10)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania, ml,

V_o — objętość roztworu azotanu rtęciowego dodana do roztworu porównawczego (5.4.9.2d), ml.

Za wynik końcowy mianowania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, dla których różnica między

wynikami skrajnymi nie przekracza 1% wyniku niższego.

f) Błękit bromofenolowy, roztwór 0,1% (m/m) w alkoholu etylowym 96% (V/V).

g) Dwufenylokarbazon, roztwór 1% (m/m) w alkoholu etylowym 96% (V/V). Roztwór przechowywać w lodówce i sporządzać na nowo, jeśli zmiany zabarwienia nie byłyby dość ostre.

5.4.9.3. Aparatura. Pełniący wyposażony w elektrodę szklaną i kalomelową lub elektrodę kombinowaną (zespolone ogniwo pomiarowe).

5.4.9.4. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć 100 ml roztworu B wg 5.4.3.3 w przypadku badania próbki siarczanu sodowego bezwodnego technicznego odmiany P, albo 25,0 ml tego roztworu w przypadku odmian M lub B. Roztwór, jeśli ma odczyn kwaśny, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego i rozcieńczyć wodą do objętości około 190 ml. Następnie dodać 5 kropeł roztworu błękitu bromofenolowego, sprawdzić i ewentualnie skorygować pH roztworu oraz zmiareczkować obecne w nim chlorki jak podczas mianowania roztworu azotanu rtęciowego wg 5.4.9.2e).

Zawartość chlorków w przeliczeniu na NaCl (X_6) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_6 = \frac{(V_1 - V_o) \cdot K_3 \cdot 0,0011689 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V} = \frac{(V_1 - V_o) \cdot K_3 \cdot 59,445}{m \cdot V} \quad (11)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania roztworu badanego, ml,

V_o — objętość roztworu azotanu rtęciowego dodana do roztworu porównawczego (5.4.9.2d), ml,

K_3 — współczynnik molarności roztworu azotanu rtęciowego oznaczony wg 5.4.9.2e),

m — masa odważki próbki, g,

V — objętość roztworu próbki odmierzona do oznaczania, ml,

0,0011689 — ilość chlorku sodowego równoważna 1 ml roztworu azotanu rtęciowego

o $c[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,0200 \text{ mol/l}$, g.

5.4.9.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.4.10. Oznaczanie zawartości substancji organicznych. Do parownicy porcelanowej odważyć 1 g próbki siarczanu sodowego bezwodnego technicznego z dokładnością do 0,0002 g. Do próbki dodać 10 ml kwasu siarkowego (1,83) i ogrzać do temperatury 80°C. Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeśli kwas siar-

kowy pozostanie bezbarwny lub zabarwi się na kolor żółty.

5.4.11. Oznaczanie gęstości nasypowej należy wykonać metodą B wg PN-80/C-04532 p. 3.2.

5.4.12. Badanie uziarnienia

5.4.12.1. Przyrządy

a) Zestaw sit laboratoryjnych o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,5 i 1,0 mm.

b) Wytrząsarka laboratoryjna o około 40 wstrząsach na minutę.

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. Z uprzednio wysuszonej próbki siarczanu sodowego bezwodnego technicznego, pozostawionej w pomieszczeniu laboratoryjnym na co najmniej 2 h w nie przykrytym naczyniu, odważyć 100 g produktu z dokładnością do 0,1 g. Odważkę przenieść na sita laboratoryjne zestawione w ten sposób, że na górze znajduje się sito o większych oczkach i przesiewać w ciągu 15 min.

Fracje produktu na poszczególnych sitach zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 1 mm (X_7) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (12)$$

w którym:

m_1 — masa frakcji na sicie o boku oczek kwadratowych 1 mm, g,

m — masa odważki próbki, g.

Zawartość klasy ziarnowej 0,5 ÷ 1 mm (X_8) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_8 = \frac{m_2 \cdot 100}{m} \quad (13)$$

w którym:

m_2 — masa frakcji na sicie o boku oczek kwadratowych 0,5 mm, g,

m — masa odważki próbki, g.

Przesiew przez sito o boku oczek kwadratowych 0,5 mm (X_9) obliczyć w procentach masowych wg wzoru

$$X_9 = 100 - (X_7 + X_8) \quad (14)$$

w którym:

X_7 — odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 1 mm, % (m/m),

X_8 — odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 0,5 mm, % (m/m).

5.4.12.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego dla zawartości klasy ziarnowej 0,5 ÷ 1 mm, albo 1% wyniku niższego dla przesiewu przez sito o boku oczek kwadratowych 0,5 mm.

5.5. Interpretacja wyników badań. Wyniki końcowe oznaczeń porównać z wartościami liczbowymi wymagań, stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię siarczanu sodowego bezwodnego technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki, pobranej wg 5.3, odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/6016-52

a) dla siarczanu sodowego bezwodnego w postaci proszku wprowadzono podział na rodzaje lekkie i ciężkie oraz określa wymagania dotyczące gęstości nasypowej dla obu tych rodzajów,

b) podano metodę wagową oznaczania zawartości siarczanu sodowego, wg normy ISO, którą należy stosować obowiązkowo w przypadku przeprowadzania analiz rozjemczych,

c) zaktualizowano inne metody badań, wytyczne pakowania, przechowywania i transportu oraz wykaz norm i dokumentów związanych.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich

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

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-80/C-04532 Oznaczanie gęstości nasypowej

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

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

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

BN-84/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

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 poz. 68 z 1985 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. Normy międzynarodowe i zagraniczne

ISO/DP 3236 (1985) Sodium sulfate for industrial use — Determination of chlorides mass fraction — Mercurimetric method
ISO/DP 5142 (1985) Sodium sulfate for industrial use — Determination of sodium sulfate mass fraction — Gravimetric method
CSRS ČSN 653126 (1969) Sírán sodný kalcinovány technický
Indie IS 255 — 1967 Specification for sodium sulphate, anhydrous
Japonia JIS K 1434 Sodium Sulfate, Anhydrous and 10 Hydrate (Glauber's salt)

Jugosławia JUS H.B1.040 (1963) Natrijumsulfat, kalcinisani, tehnicki
NRD TGL 6929/01 (1977) Grundchemikalien, Natriumsulfat. Technische Forderungen

TGL 6929/02 (1977) Grundchemikalien, Natriumsulfat, Prüfung

Rumunia STAS 2126-84 Sulfat de sodiu tehnic anhidru

ZSRR ГОСТ 6318-77 Натрий сернокислый технический. Технические условия

ГОСТ 21458-75 Сульфат натрия кристаллизационный. Технические условия

5. Symbol wg SWW — 1222-511.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. Anna Milińska, dr inż. Jerzy Gawłowski — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.