

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Sód metaliczny	6012-01
		Zamiast RN-59/MPCh-1430
		Grupa katalogowa X 11

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sód metaliczny otrzymywany w wyniku elektrolizy stopionego wodorotlenku sodowego.

1.2. Rodzaje. W zależności od formy zewnętrznej rozróżnia się 2 rodzaje sodu metalicznego:

- lany - L,
- w pryzmach - P.

1.3. Gatunki. W zależności od zawartości potasu rozróżnia się dwa gatunki sodu metalicznego: I i II.

1.4. Przykład oznaczenia sodu metalicznego lanego w gatunku I:

SÓD METALICZNY L I BN-65/6012-01

1.5. Normy związane

- PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-61/H-84020 Stal węglowa konstrukcyjna zwykłej jakości ogólnego przeznaczenia.
Gatunki

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Sód metaliczny powinien być produktem jednorodnym, barwy srebrzystobiałej, nie zawierającym na swej powierzchni innych związków poza ewentualnie występującymi tlenkami sodu.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Alkaliczność ogólna w przeliczeniu na sód metaliczny, %, co najmniej	99,5	99,5
b) Potasu, %, najwyżej	0,5	1,0
c) Żelaza, %, najwyżej	0,02	0,02
d) Metali ciężkich wytrączanych siarkowodorem	powinien odpowiadać badaniom wg 4.2.4	
e) Ciągliwość	powinien odpowiadać badaniom wg 4.2.5	

Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 21 grudnia 1965 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1966 r.
(Mon. Pol. nr 3/1966 poz. 24)

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Sód metaliczny lany należy pakować w hermetyczne bębny z blachy stalowej pojemności 40 ÷ 50 kg netto. Bębny na złączach powinny być szczelne.

Sód metaliczny w pryzmach należy pakować w beczki z blachy stalowej, o pojemności 80 ÷ 90 kg netto, z zamknięciem jak bałki do mleka, z uchwytami do transportu. Sód metaliczny po nalaniu do bębnow i załadunku do beczek należy zabezpieczyć przed utlenianiem się zalewając jego powierzchnię odwodnioną naftą lub odwodnionym olejem transformatorowym.

Na bębnach i beczkach należy umieścić napis zawierający:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 1.4,
- c) wagę brutto i netto,
- d) numer partii.

3.2. Przechowywanie. Sód metaliczny należy przechowywać w krytych suchych pomieszczeniach. Poziom podłogi składowiska powinien być powyżej poziomu ziemi.

Niedozwolone jest przechowywanie sodu metalicznego w jednym pomieszczeniu z kwasami, wodą i wodnymi roztworami związków oraz substancjami łatwo zapalnymi. W pobliżu składowiska nie wolno rozpalać ognia. W magazynach sodu metalicznego nie wolno instalować rurociągów wodnych i parowych.

3.3. Transport. Sód metaliczny powinien być przewożony z zachowaniem środków ostrożności, jak w przypadku przewozu artykułów wybuchowych, oraz w warunkach określonych w 3.2. W przypadku ustawienia bębnow z sodem metalicznym w kilku warstwach należy następną warstwę układać na deskach, a nie bezpośrednio na bębnach.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Należy stosować zasady wg PN/C-04507. Z partii produktu podlegającego odbiorowi należy pobrać w zależności od liczności partii następującą liczbę opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, jaką należy wysłać do pobrania próbek
do 15	4
16 ÷ 63	5
powyżej 63	6

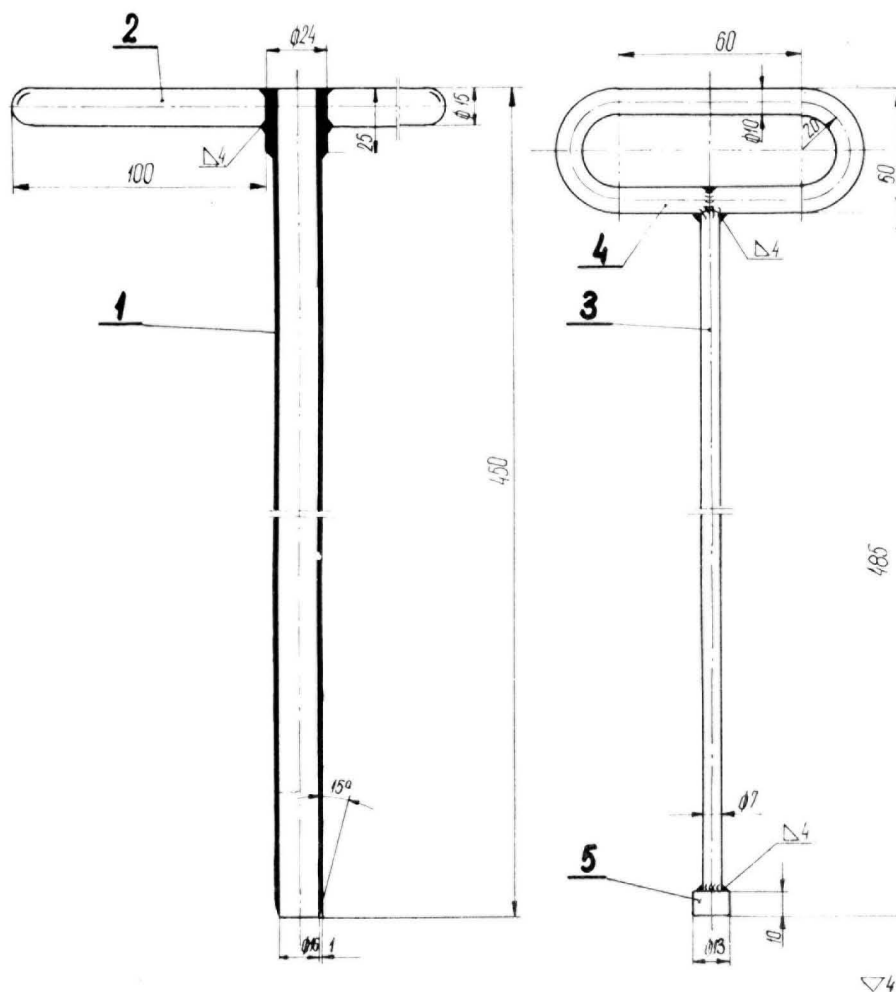
Próbki jednostkowe należy pobrać zgłębnikiem (wg rysunku) wycinając je z bloku sodu metalicznego i szybko umieszczając w słoju z odwodnioną naftą lub odwodnionym olejem transformatorowym. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 50 g.

Pobrane próbki umieścić w dwóch czystych suchych słoikach szklanych, do których uprzednio nalano odwodnionej nafty lub odwodnionego oleju transformatorowego w takiej ilości, aby wszystkie kawałki sodu były pokryte naftą lub olejem. Słoiki powinny być zaopatrzone w dobrze doszlifowane korki szklane.

Na słoikach należy umieścić etykietę z napisem zawierającym:

- a) nazwę produktu,
- b) numer partii,
- c) znak i numer normy,
- d) datę pobrania próby oraz podpis pobierającego próbki.

Jedną próbkę należy użyć do analizy, drugą przechowywać przez okres trzech miesięcy na wypadek analizy rozjemczej.



Nr części na rysunku	Nazwa części	Liczba sztuk	Materiał	Wymiary mm
1	Rurka	1	stal St2 wg PN-61/H-84020	∅ 24/16 × 450
2	Rączka	2	stal St0 wg PN-61/H-84020	∅ 15 × 100
3	Pręt	1	"	∅ 7 × 475
4	Pręt (rączka)	1	"	∅ 10 × 245
5	Korek	1	"	∅ 13 × 10

4.2. Rodzaje badań

4.2.1. Oznaczanie ogólnej alkaliczności w przeliczeniu na sól metaliczny

4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy odwodniony.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Oranz metylowy 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Woda destylowana nie zawierająca CO_2 .

4.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Wyjąć ze słoika kawałek sodu metalicznego i dokładnie oczyścić jego powierzchnię z nafty lub oleju transformatorowego przez staranne osuszenie bibułą do sączenia. Ze środka tak przygotowanej próbki szybko wyciąć około 2,5 g sodu metalicznego i zważyć go, w uprzednio zważonym naczyniu wagowym, z dokładnością do 0,0002 g. Wszystkie te operacje należy wykonywać szybko, w celu zapobieżenia utlenieniu się sodu metalicznego. Odważkę sodu metalicznego przenieść przy użyciu pincety do zlewki szklanej pojemności 200 ÷ 300 ml, do której uprzednio nalano 60 ml alkoholu etylowego, i nakryć naczynie szkiełkiem zegarkowym. Po rozpuszczeniu sodu metalicznego opłukać szkiełko zegarkowe wodą destylowaną, zbierając roztwór do zlewki i dodać do roztworu etylenu sodowego 30 ÷ 40 ml wody destylowanej. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić objętość wodą destylowaną do kreski. Roztwór dobrze wymieszać. Roztwór ten służy do oznaczania ogólnej alkaliczności żelaza i metali ciężkich.

Z tak przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 25 ml do kolby stożkowej pojemności 250 ml i miareczkować 0,1n roztworem kwasu solnego używając jako wskaźnika oranżu metylowego.

Alkaliczność ogólną w przeliczeniu na sól metaliczny (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0023 \cdot 1000 \cdot 100}{25 \cdot G} = \frac{V \cdot 9,2}{G}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego zużyta na zmiareczkowanie próbki, ml,

0,0023 - ilość sodu metalicznego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego, g,

G - odważka badanego sodu metalicznego, g.

4.2.2. Jakościowe oznaczanie nieznaczonej zawartości potasu. Przy nieznaczonej zawartości potasu zezwala się przeprowadzić próby jakościowe z kwasem nadchlorowym wg następującej metody. Zgodnie z 4.2.1.2 odważyć około 2 g sodu metalicznego z dokładnością do 0,001 g i przenieść go przy użyciu pincety do zlewki, do której uprzednio nalano 80 ml alkoholu etylowego. Po rozpuszczeniu sodu roztwór przesączyć i przenieść ilościowo do cylindra. Po dodaniu do roztworu 2 ml kwasu nadchlorowego nie powinien wytrącić się biały osad. W przypadku powstawania osadu należy wykonać oznaczanie zgodnie z 4.2.3.

4.2.3. Ilościowe oznaczanie zawartości potasu

4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).
- b) Alkohol etylowy odwodniony.
- c) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- d) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- e) Octan sodowy cz.d.a.

g) Azotynokobaltan sodowy roztwór przygotowany w następujący sposób: w 250 ml wody destylowanej rozpuścić 50 g azotynokobaltanu sodowego cz.d.a. i 25 g octanu sodowego cz.d.a. Roztwór odstawić na dobę i przesączyć.

h) Fenoloftaleina 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.3.2. Wykonanie oznaczania. Z próbki sodu metalicznego przygotowanej wg 4.2.1.2 wyciąć około 2 g badanego produktu i zważyć z dokładnością do 0,0002 g w uprzednio zważonym naczyniu wagowym. Próbkę przenieść przy użyciu pincety do zlewki porcelanowej pojemności 100 ml, do której uprzednio nalano 60 ml alkoholu etylowego.

Roztwór zobojętnić kwasem octowym lodowatym lub kwasem solnym w obecności fenoloftaleiny jako wskaźnika i odparować prawie do sucha na łaźni wodnej. Roztwór należy często mieszać, aby wytracone kryształy nie przywarły do dna zlewki. Osad rozpuścić w 10 ml wody destylowanej, dodać 0,5 ml 20-procentowego roztworu kwasu octowego i w ciągu 5 min dodawać po kropli, przy jednoczesnym mieszaniu, 10 ml roztworu azotynkobaltanu sodowego. Roztwór odstawić na 3 godz w celu opadnięcia osadu, po czym przesączyć go przez uprzednio przemyty i wysuszony w temperaturze $100 \div 110^{\circ}\text{C}$ oraz zważony z dokładnością do 0,0002 g lejek Schotta nr 1 albo przez ścisły sączonek z bibuły. Osad na lejku przemyć 3 razy 20-procentowym roztworem kwasu octowego, biorąc za każdym razem do przemycia po 5 ml kwasu, a następnie 2 razy alkoholem etylowym biorąc za każdym razem 5 ml alkoholu, lejek z osadem suszyć w temperaturze $100 \div 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy, chłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość potasu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{G_1 \cdot 0,1721 \cdot 100}{G} = \frac{G_1 \cdot 17,2}{G}$$

w którym:

G_1 - masa wysuszonego osadu, g,

0,1721 - ilość potasu zawarta w 1 g osadu odpowiadającego wzorowi $\text{K}_2\text{NaCo}(\text{NO}_2)_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$,

G - odważka sodu metalicznego, g.

4.2.4. Oznaczanie zawartości żelaza

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol izoamyłowy.

b) Kwas solny (1,19) cz.d.a.

c) Kwas azotowy (1,4) cz.d.a.

d) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 4n.

e) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Fenoloftaleina 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

g) Roztwór wzorcowy Fe^{+3} przygotować wg PN/C-06500, z otrzymanego roztworu pobrać 10 ml do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą destylowaną do kreski, 1 ml tego roztworu odpowiada 0,00001 g Fe^{+3} . Rozcieńczonego wzorcowego roztworu żelaza należy używać tylko w dniu jego przygotowania.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 150 ml odmierzyć pipetą 25 ml roztworu przygotowanego wg 4.2.1.2. Roztwór zobojętnić kwasem solnym wobec fenoloftaleiny, dodać 0,5 ml kwasu azotowego, ogrzewać do wrzenia, a następnie ochłodzić. Roztwór ten przenieść ilościowo do cylindra pomiarowego pojemności 50 ml z doszlifowanym korkiem. Do roztworu w cylindrze dodać 0,5 ml 4n roztworu kwasu siarkowego, 5 ml roztworu rodanku amonowego i 10 ml alkoholu izoamyłowego. Roztwór w cylindrze dopełnić wodą destylowaną do objętości 50 ml. Do drugiego takiego samego cylindra wlać 33 ml wody destylowanej, 0,5 ml 4n roztworu kwasu siarkowego, 5 ml roztworu rodanku amonowego i 10 ml alkoholu izoamyłowego i dodać z mikrobiurety wzorcowego roztworu żelaza do uzyskania jednakowej intensywności zabarwienia warstw alkoholowych w obydwu cylindrach.

Porównanie intensywności zabarwienia sprawdzać za każdym razem po wstrząśnięciu zawartości obydwu cylindrów.

Zawartość żelaza (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,00001 \cdot 100 \cdot 1000}{25 \cdot G} = \frac{V}{25 \cdot G}$$

w którym:

- V - objętość wzorcowego roztworu żelaza zużyta do oznaczania, ml,
 0,00001 - ilość żelaza w 1 ml wzorcowego roztworu żelaza, g,
 G - odważka badanego sodu metalicznego wg 4.2.1.2.

4.2.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich wytrącanych siarkowodorem

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,19) cz.d.a.
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Woda siarkowodorowa świeżo przygotowana.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 500 ml przenieść 200 ml roztworu przygotowanego wg 4.2.1.2. Roztwór zobojętnić wobec papierka lakmusowego 10-procentowym roztworem kwasu solnego, następnie dodać 5 ml kwasu solnego (1,19) i przepuszczać w ciągu 5 min siarkowodór lub dodać 10 ml świeżo przygotowanej wody siarkowodorowej.

Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po przepuszczeniu siarkowodoru lub po dodaniu wody siarkowodorowej nie wytrąca się osad i roztwór nie ciemnieje.

4.2.6. Oznaczanie ciągliwości

4.2.6.1. Przyrządy. Prasa laboratoryjna. W matrycy znajduje się otwór o powierzchni 1 mm².

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Z kawałka sodu metalicznego o masie około 10 g wycisnąć przez otwór w matrycy nitkę sodu długości około 25 cm.

Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nitka ta przy skręcaniu nie łamie się.

K O N I E C