

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68
	Kationity fenolosulfonowe MK 2 i MK 3	6214-01
		Zamiast BN-63/6214-01
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są kationity syntetyczne otrzymywane w postaci perełek lub kruszywa przez kondensację kwasu fenolosulfonowego z formaldehydem, mające czynne grupy sulfonowe i fenolowe.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kationity mają zastosowanie głównie do zmiękczenia i demineralizacji wody w zakresie pH 1 ÷ 8,5.

1.3. Określenia

1.3.1. Całkowita zdolność wymienna kationitu fenolosulfonowego względem grup sulfonowych — liczba miligramorównoważników jonu (mval), która może być wymieniona przez jednostkę masy lub objętości kationitu w takich warunkach, w których wszystkie obecne w kationicie grupy sulfonowe zostają podstawione.

1.3.2. Współczynnik pęcznienia — stosunek objętości kationitu w postaci wodorowej lub soli sodowej, maksymalnie napęczniałego pod działaniem wody w temperaturze 20°C, do objętości kationitu wysuszonego w temperaturze 105°C do stałej masy.

1.3.3. Ziarno kationitu w postaci wodorowej lub soli sodowej zaaklimatyzowane — ziarno przechowywane w ciągu 24 godz pod ciśnieniem atmosferycznym w temperaturze 25 ± 5°C, w warstwie grubości 5 ± 2 mm i wilgotności względnej powietrza 80%.

1.3.4. Kationit w postaci wodorowej lub soli sodowej maksymalnie napęczniały — produkt, który został poddany w całej objętości działaniu wody destylowanej w ciągu 12 godz.

1.3.5. Złoże kationitu — warstwa wypełniająca kolumnę jonitową.

1.4. Normy związane

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór sztuk do próbek

PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od odporności termicznej oraz całkowitej zdolności wymiennej różni się dwa rodzaje kationitów fenolosulfonowych oznaczone symbolami MK 2 i MK 3.

2.2. Odmiany. W każdym rodzaju w zależności od granulacji rozróżnia się dwie odmiany:

kruszywo (postać soli sodowej) — bez symbolu, perełki (postać wodorowa) — oznaczone symbolem p.

2.3. Przykład oznaczenia kationitu fenolosulfonowego rodzaju MK2 odmiany perełkowej:

KATIONIT FENOLOSULFONOWY MK 2-p BN-68/6214-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Produkt handlowy w postaci wodorowej lub soli sodowej powinien mieć postać nawilgoconego ziarna (kruszywa lub perełek) o zabarwieniu od brązowego do czarnego i nie zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

* 3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Rodzaje	
	MK 2	MK 3
a) Zdolność wymienna całkowita mval/ml, co najmniej	0,750	0,600
b) Współczynnik pęcznienia ¹⁾	2,0 ÷ 2,5	2,0 ÷ 2,3
c) Odporność termiczna w temperaturze 60 ± 5°C, mg KMnO ₄ /l, najwyżej	70	—

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego

dnia 11 maja 1968 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1969 r.

(Mon. Pol. nr 27/1968 poz. 185)

cd. tablicy

Wymagania	Rodzaje	
	MK 2	MK 3
d) Odporność termiczna w temperaturze $90 \pm 5^\circ\text{C}$, mg KMnO_4/l , najwyżej	—	110
e) Pozostałość na sicie o wymiarach boków oczek kwadratowych 2 mm, %, najwyżej	3	3
f) Przesiew przez sito o wymiarach boków oczek kwadratowych 0,3 mm, %, najwyżej	3	3

1) Oznacza się na żądanie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE, TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kationity należy pakować w worki z wodoszczelnych tworzyw sztucznych, umieszczone w bębnach lub beczkach metalowych z dnami otwieranymi. W celu uniknięcia pęknięcia worków wymiary ich powinny wynosić: szerokość worka co najmniej 1,75 średnicy opakowania, a długość co najmniej 1,5 wysokości opakowania. Na opakowaniu należy umieścić nalepkę wg PN-67/O-79252 wskazującą górę opakowania dla właściwego ustawienia podczas przechowywania i transportu. W czasie mrozów kationity należy odpowiednio zabezpieczyć i oznakować wg PN-67/O-79252. Ponadto na opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.3,
- objętość produktu w litrach,
- numer partii,
- datę produkcji,
- znak KT.

4.2. Przechowywanie. Kationity należy przechowywać w opakowaniach szczelnie zamkniętych, ustawionych pionowo pokrywą ku górze lub w szczelnie zamkniętych zbiornikach w temperaturze nie niższej niż 0°C .

4.3. Transport. W czasie transportu temperatura nie powinna być niższa niż 0°C .

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Należy stosować zasady PN/C-04507. Partię stanowi najwyżej 160 beczek lub bębnow. Próbki należy pobierać losowo wg PN/N-03010 w ilości zależnej od liczności opakowań partii wg tablicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 9	5
10 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14

Próbki pierwotne należy pobierać zglębniakiem 6 wg PN/C-60010. Sposób pobierania próbek pierwotnych powinien być zgodny z PN/C-04506. Z każdego opakowania należy pobrać po dwie próbki pierwotne, a mianowicie ze środka opakowania oraz z miejsca położonego w odległości $1/6$ średnicy opakowania od ścianki, z całej grubości warstwy.

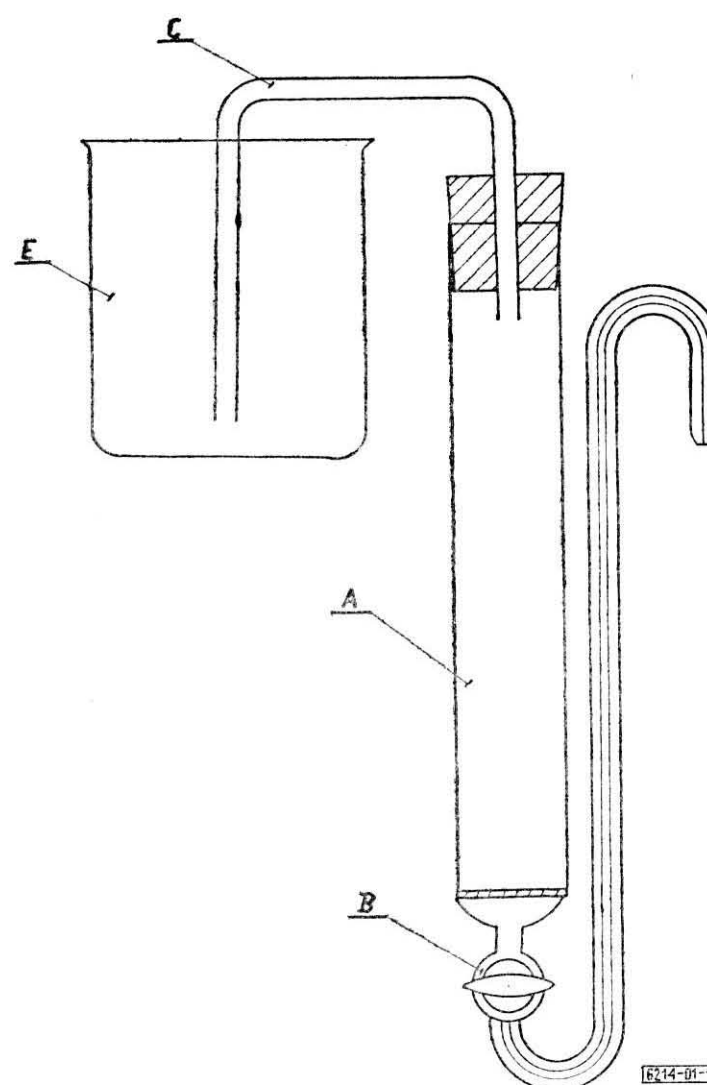
Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 0,5 l. Opakowanie średniej próbki laboratoryjnej powinno mieć pojemność co najmniej dwukrotną w stosunku do objętości próbki.

Próbkę rozjemczą należy przechowywać w ciągu miesiąca. Wybór laboratorium rozjemczego należy pozostawić do uzgodnienia między dostawcą a odbiorcą.

5.2. Oznaczanie całkowitej zdolności wymiennej metodą dynamiczną

5.2.1. Przyrządy

a) Kolumna jonitowa A wg rys. 1 o wysokości



Rys. 1

150 mm i średnicy 25 mm z wmontowaną u dołu płytką ze spieku szklanego G-0 lub G-1 (zamiast spieku można stosować zwitek waty szklanej), zaopatrzona w kran B oraz rurkę lewarową C i zlewkę E.

- Statyw wysokości 1200 mm.
- Cylinder pomiarowy pojemności 1000 ml.

5.2.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek sodowy, roztwór 0,1n.
- Kwas solny, roztwór 1n.
- Wskaźnik mieszany: zmieszać 50 ml 0,2-procentowego alkoholowego roztworu czerwieni me-

tylowej z 50 ml 0,1-procentowego alkoholowego roztworu błękitu metylenowego.

d) Wodorotlenek sodowy, roztwory: 0,1n i 1n.

5.2.3. Wykonanie oznaczania

5.2.3.1. Przygotowanie próbki. Średnią próbkę laboratoryjną należy dokładnie wymieszać przez co najmniej dziesięciokrotne odwracanie naczyniem.

5.2.3.2. Sposób przygotowania kationitu maksymalnie napeężniałego. Przeznaczoną do oznaczania ilość kationitu należy wsypać do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml ze szlifowanym korkiem zawierającym 50 ml wody destylowanej i pozostawić przez 12 godz w temperaturze 20°C.

Następnie należy dodać taką ilość wody, aby jej poziom nad powierzchnią kationitu wynosił około 20 ml, zamknąć cylinder korkiem i usunąć pęcherzyki powietrza przez kilkakrotne odwracanie naczyniem. Dla uzyskania stałej objętości kationitu maksymalnie napeężniałego (V) należy cylindrem lekko uderzać o gładką powierzchnię.

5.2.3.3. Regeneracja złoża. Około 50 g kationitu przygotowanego wg 5.2.3.1 odważyć z dokładnością do 0,1 g, nasycić wodą destylowaną wg 5.2.3.2 a następnie przenieść do kolumny jonitowej A spłukując wodą.

Wymyć części rozpuszczalne jonitu przez kolejne trzykrotne przemywanie 1n roztworem kwasu solnego i 1n roztworem wodorotlenku sodowego, biorąc do przemywania po 100 ml każdego roztworu. Przed każdorazową zmianą roztworu należy przemyć jonit 50 ml wody. Po ostatnim przemyciu przepuścić przez warstwę jonitu 1000 ml 1n roztworu kwasu solnego. Szybkość przepływu roztworów ustalić na 10 ± 2 ml/min.

5.2.3.4. Przemywanie kationitu. Zlewkę E napeęnić wodą destylowaną. Przemywać kationit z szybkością 10 ± 2 ml/min. Po przepuszczeniu około 1000 ml wody przez kationit odbierać dokładnie po 100 ml wycieku i natychmiast zmierzać 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wobec wskaźnika mieszanego do chwili uzyskania dwóch kolejnych równych pomiarów.

5.2.3.5. Wymiana i obliczanie zdolności wymiennej. Zlewkę E napeęnić 0,1n roztworem chlorku sodowego. Roztwór przepuszczać przez kolumnę jonitową z szybkością 10 ± 2 ml/min. Wyciek w ilości 1000 ml zebrać w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml. Zawartość kolby wymieszać a następnie pobrać pipetą 25 ml roztworu i zmierzać 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego wobec wskaźnika mieszanego. Zdolność wy-

mienną całkowitą (X_1) obliczyć w mval/ml wg wzoru

$$X_1 = \frac{4 a}{V} \quad (1)$$

w którym:

a — objętość zużytego ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, ml,

V — objętość kationitu maksymalnie napeężniałego wg 5.2.3.2, ml.

Kationit należy zachować do oznaczania termicznej odporności kationitów wg 5.4.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku mniejszego.

5.3. Oznaczanie współczynnika pęężnienia

5.3.1. Wykonanie oznaczania. Po przygotowaniu kationitu wg 5.2.3.1 odważyć na płytkach Petriego z dokładnością do 0,1 g dwie próbki kationitu po 50 g.

Jedną próbkę suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy (temperaturę mierzyć na wysokości próbki), ochłodzić w eksykatorze, po czym wsypać do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml ze szlifowanym korkiem. Cylindrem należy lekko uderzać o gładką powierzchnię dopóty, dopóki objętość nie będzie się zmniejszała.

Przymuszoną objętość suchego kationitu (V_s) obliczyć w mg/l wg wzoru

$$V_s = \frac{V}{m} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość nasypowa wysuszonego kationitu, ml,

m — odważka kationitu przed wysuszeniem, g.

Drugą próbkę należy maksymalnie nasycić wodą destylowaną wg 5.2.3.2.

Objętość kationitu maksymalnie napeężniałego (V_n) obliczyć w ml/g wg wzoru

$$V_n = \frac{V}{m} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość kationitu maksymalnie napeężniałego, ml,

m — odważka kationitu, g.

Współczynnik pęężnienia (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_n}{V_s} \quad (4)$$

w którym:

V_n — objętość kationitu maksymalnie napeężniałego obliczona wg wzoru (3),

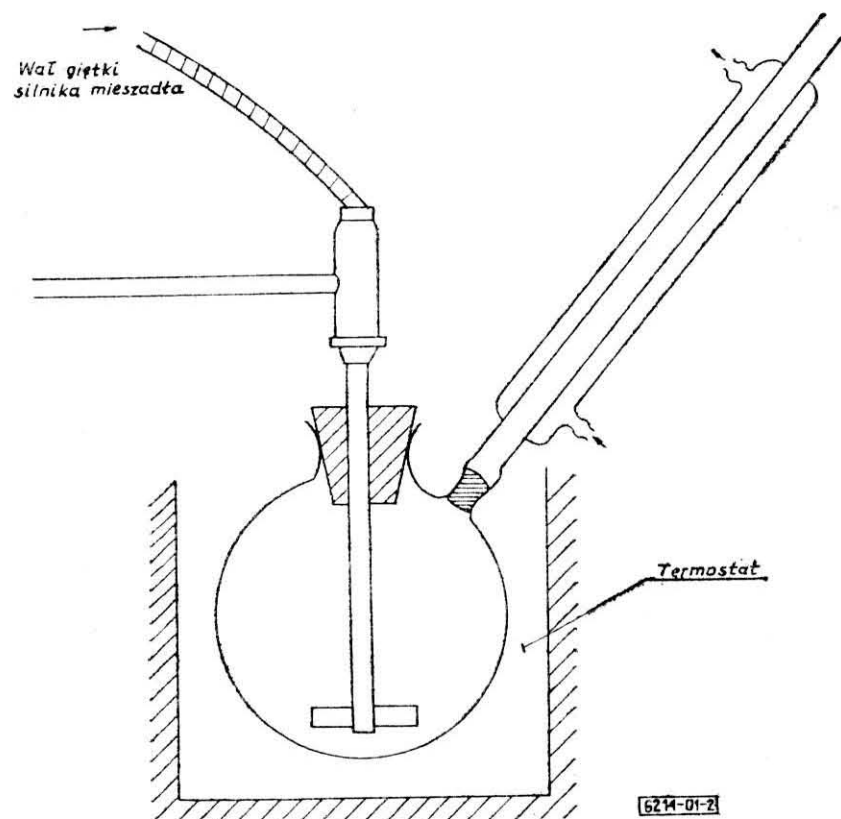
V_s — przymuszona objętość suchego kationitu wg wzoru (2).

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku mniejszego.

5.4. Oznaczanie termicznej odporności kationitów

5.4.1. Zasada oznaczania polega na oznaczaniu przyrostu utlenialności wody, uzyskanego przez ogrzewanie w niej w warunkach umownych kationitu MK 2 lub MK 3.

5.4.2. Przyrząd do oznaczania termicznej odporności kationitów wg rys. 2.



Rys. 2

5.4.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1 + 3.
- Kwas szczawiowy, roztwór 0,01n.
- Nadmanganian potasowy, roztwór 0,01n.

5.4.4. Wykonanie oznaczania. Kationit z oznaczania wg 5.2.3.5 przemyć w kolumnie jonitowej wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy, po czym pozwolić na całkowite wypłynięcie wody z kolumny. Tak przygotowany kationit spłukać do zlewki pojemności 150 ml i odlać do cylindra pomiarowego 10 ml jonitu. Po opadnięciu jonitu odczytać objętość kationitu. Kationit spłukać $300 \pm \pm 10$ ml wody do kolby kulistej z dwoma szyjkami o pojemności 500 ml. Kolbę umieścić w termostacie w temperaturze $60 \pm 5^\circ\text{C}$ w przypadku kationitu MK 2 i w temperaturze $90 \pm 5^\circ\text{C}$ w przypadku kationitu MK 3. Połączyć kolbę z chłodnicą zwrotną i mieszadłem, ustalając obroty mieszadła tak, aby kationit nie pozostawał na dnie kolby. Po 1 godz kolbę wyjąć z termostatu i ochłodzić do temperatury pokojowej.

Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć 100 ml cieczy z kolby, dodać 5 ml roztworu kwasu siarkowego, 40 ml roztworu nadmanganianu potasowego i gotować w ciągu 10 min. Następnie dodać 40 ml roztworu kwasu szczawiowego i odbarwiony gorący roztwór miareczkować

roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia różowego zabarwienia.

W ten sam sposób wykonać ślepą próbę oznaczając utlenialność wody użytej do oznaczania.

Odporność termiczna (X_3) w mg KMnO_4 na 1 l obliczyć wg wzoru

$$X_3 = (V - V_1) \cdot 3,16 \quad (5)$$

w którym

- V — objętość ściśle 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego na miareczkowanie próby, ml,
 V_1 — objętość ściśle 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego na miareczkowanie ślepej próby, ml,
 3,16 — współczynnik przeliczeniowy uwzględniający normalność roztworu KMnO_4 i rozcieńczenie próbki.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż 15% wyniku mniejszego.

5.5. Oznaczanie pozostałości na sicie i przesiewu przez sito. Około 120 g kationitu maksymalnie napęczniałego umieścić na bibule do sączenia w warstwie o grubości 5 ± 2 mm i pozostawić na 24 godz w temperaturze 20°C w celu aklimatyzacji. Po aklimatyzacji odważyć 100 g próbki z dokładnością do 0,1 g. Próbkę przesiać przez zestaw sit składający się z dwóch sit o wymiarach boków oczek kwadratowych 2 mm (pozostałość na sicie — X_4) i 0,3 mm (przesiew — X_5) w laboratoryjnej wstrząsarce mechanicznej. Przesiewać przez 5 min przy 220 obr/min, po czym zważyć pozostałość na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 2 mm oraz przesiew przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,3 mm z dokładnością do 0,1 g.

Pozostałość na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 2 mm (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (6)$$

a przesiew przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,3 mm (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_2 \cdot 100}{m} \quad (7)$$

gdzie:

- m — odważka aklimatyzowanego kationitu, g,
 m_1 — masa pozostałości na sicie o wymiarze boku oczka kwadratowego 2 mm, g,
 m_2 — masa przesiewu przez sito o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,3 mm, g.

Za wynik przyjąć arytmetyczną wyników przynajmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,5%.

ERRATA do BN-68/6214-01

Str.	Łam	Wiersz	Jest	Powinno być
4	prawy	20 od góry	niż 15%	niż o 15%
4	prawy	3 od dołu	arytmetyczną	średnią arytmetyczną