

ZAKŁADY CHEMICZNE „RUDNIKI” S.A.	<u>NORMA ZAKŁADOWA</u>	ZN - 02/Z.Ch. „Rudniki” SA/ 257
	Szkło wodne sodowe	PKWiU 24.13.52-40.00

1. WSTĘP.

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest szkło wodne sodowe będące roztworem wodnym krzemianów sodowych o wzorze $\text{Na}_2\text{O} \times n\text{SiO}_2$.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Szkło wodne sodowe stosuje się jako spoiwo w przemyśle odlewniczym, papierniczym, włókienniczym, jako środek buforujący w przemyśle środków myjąco-piorących, do elektropetryfikacji gruntów, przy produkcji elektrod do spawania i do innych celów.

1.3. Określenia. Moduł molowy szkła wodnego sodowego jest to stosunek molowych zawartości SiO_2 do Na_2O .

2. Podział i oznaczenie.

2.1. Rodzaje. W zależności od wartości modułu i gęstości oraz innych parametrów zestawionych w tabeli 1 szkło wodne sodowe kwalifikowane jest na rodzaje.

2.2. Przykład oznaczania szkła wodnego sodowego:

SZKŁO WODNE SODOWE R - 150

ZN - 02/Z.Ch. „Rudniki” SA/ 257

3. Wymagania.

3.1 Wymagania ogólne. Szkło wodne sodowe jest cieczą od postaci klarownej do barwnie opalizującej z szarym odcieniem włącznie. Intensywność barwy zależy od parametrów szkła w/g p.2.1.

Zatwierdzona przez Dyrektora d/s Technicznych Zakładów Chemicznych „Rudniki” S.A. w dniu 26.11.2002 roku jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 01.01.2003 roku.
--

3.2.Wymagania szczegółowe - wg tab. 1.

Tabela 1

Wymagania:	Rodzaj:								
	150	149	145	142	140	137	145M	145S	150S
Moduł molowy SiO ₂ /Na ₂ O	1,9÷2,1	2,8÷3,0	2,4÷2,6	2,6÷2,8	2,9÷3,1	3,2÷3,4	2,1÷2,3	2,3÷2,6	2,2÷2,4
Zawartość tlenków (SiO ₂ +Na ₂ O)% nie mniej niż	40,0	42,5	39,0	38,0	36,0	35,0	39	42,0	42,0
Gęstość (20°C) g/cm ³	1,50 ÷1,53	1,49 ÷1,51	1,45÷1,48	1,42÷1,45	1,40 ÷1,43	1,37 ÷1,40	1,45 ÷1,48	1,52 ÷1,56	1,50 ÷1,53
Fe ₂ O ₃ % max	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
CaO % max	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Subst. nierozp. w H ₂ O (% max)									
-w szkle filtrowanym	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
-w szkle odstawanym	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Lepkość dynamiczna (P) nie mniej niż	1	7	1	1	0,5	1	1	5	1
Wymagania:	Rodzaj:								
	151-1,7	150-2,3	144-2,6	137-3,2	133-3,2	132-3,4	130-3,3		
Moduł molowy SiO ₂ /Na ₂ O	1,65÷1,85	2,3÷2,4	2,6÷2,8	3,2÷3,4	3,2÷3,5	3,40÷3,50	3,3÷3,4		
Zawartość tlenków (SiO ₂ +Na ₂ O) % nie mniej niż	42÷44	42,0	39,0	35,0	32,0	32,0	29,0		
Gęstość (20°C) g/cm ³	1,51 ÷1,57	1,500÷1,530	1,44 ÷1,47	1,37÷1,40	1,33÷1,36	1,32 ÷1,34	1,300÷1,330		
Fe ₂ O ₃ % max	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01		
CaO % max	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1		
Subst. nierozp. w H ₂ O (% max)									
-w szkle filtrowanym	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02		
-w szkle odstawanym	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1		
Lepkość dynamiczna (cP)			-	85÷120 (25°C)	-	30÷60 (20°C)	20÷40 (20°C)		
Punkt koagulacji			3,8÷4,2						
SiO ₂ [%]	26÷28								
Na ₂ O [%]	15,5÷16,5								
Fe [ppm]	50								
p-value	4,6÷5,0								
m-value	5,1÷5,5								

Dopuszcza się możliwość korekty pojedynczych parametrów i wykonanie oznaczeń analitycznych w/g indywidualnych ustaleń z klientem!

4. Pakowanie, przechowywanie i transport.

4.1. Pakowanie. Szkło wodne sodowe należy dostarczać w cysternach wyposażonych w instalacje do ogrzewania wodno-parowego. Możliwy jest inny rodzaj i wielkość opakowań transportowych, jeżeli zabezpieczają one jakość produktu i mają wymiary zgodne z szeregiem wymiarowym opakowań według PN-89/O-79021. Odbiorcy indywidualni mogą odbierać produkt w dowolnym wymiarowo opakowaniu jeżeli zabezpiecza to jakość produktu i zapewnia bezpieczny transport w myśl obowiązujących przepisów RID/ADR.

Na opakowaniu odbiorcy powinien znajdować się napis zawierający co najmniej:

- nazwę produktu
- nazwę lub znak producenta
- datę produkcji
- oznaczenie według punktu 2.2.

4.2 Przechowywanie. Szkło wodne sodowe w miarę możliwości należy przechowywać w opakowaniach szczelnie zamkniętych i pełnych.

4.3.Transport. Szkło wodne sodowe można przewozić dowolnymi środkami transportowymi w opakowaniach według punktu 4.1. W jednostkach transportowych opakowania należy zabezpieczyć przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

5. Badania

5.1.Program badań. - według tabeli 2

Tabela 2

Rodzaje badań	Zakres badań	
	w/g uzgodnień z klientem	Dla każdej partii wyrobu
Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego	+	+
Oznaczenie zawartości tlenu sodowego i krzemowego	+	+
Pomiar gęstości	+	+
Oznaczenie zawartości tlenu żelazowego	+	
Oznaczenie zawartości tlenu wapniowego	+	
Pomiar lepkości	+	
Oznaczenie substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+	+
Oznaczenie punktu koagulacji	+	
Oznaczenie p-value	+	
Oznaczenie m-value	+	
Znak + oznacza przeprowadzenie badania parametru.		

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi zawartość jednej cysterny lub zbiornika o łącznej zawartości najwyżej 60 ton szkła wodnego sodowego jednego gatunku i rodzaju. Partię produkcyjną dla produktów ciekłych konfekcjonowanych w Zakładzie stanowi całość produkcji z jednej zmiany produkcyjnej. Partię odbioru własnego klienta stanowi ilość opakowań stanowiących jednorazowy odbiór.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne PN - 67/C-04500 oraz wewnętrzną instrukcję Laboratorium Zakładowego d/JL/2/26. W zależności od ilości opakowań w partii, należy pobrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych według tabeli 3 .

Tabela 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań z których należy pobrać próbkę do badań
do 15	5
16÷25	7
26÷63	8
64÷160	9

Zawartość każdej cysterny lub zbiornika stanowi partię do pobierania próbek. Przy wysyłaniu produktu w cysternach próbkę należy pobrać osobno z każdej cysterny i przekazać do analizy. W zależności od żądań klienta świadectwo jakości wystawiane jest dla każdej cysterny lub średni wynik dla całej wysyłki. Próby produktów z jednej zmiany produkcyjnej należy pobrać na koniec zmiany. Próbkę wyrobów masowych przy odbiorach własnych klienta należy pobierać z opakowań przeznaczonych dla klienta. Próbkę z cystern i zbiorników należy pobierać próbnikiem o długości co najmniej 1700 mm według PN-74/C-60008, a z pozostałych opakowań jednostkowych próbnikiem o długości 1000 mm, zanurzając zgłębnik do około 4/5 wysokości słupa cieczy. Z każdego opakowania należy pobrać co najmniej dwie próbki pierwotne o objętości co najmniej 100 ml. Próbkę pierwotną należy wlać do czystego, suchego naczynia o odpowiedniej pojemności. Próbkę ogólną powinna mieć objętość nie mniejszą niż 0,5 l

Pobieranie i przechowywanie próbki laboratoryjnej według PN - 67/C-04500 punkty: 6.1÷6.3. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać 1 miesiąc z wysyłki na kraj i 6 miesięcy z wysyłki na eksport.

5.4. Opis badań.

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego. Przeprowadza się nieuzbrojonym okiem na zgodność produktu z wymaganiami według punktu 3.1.

5.4.2. Oznaczanie zawartości tlenku sodowego.

5.4.2.1. Zasada metody. Metoda polega na odmiareczkowaniu tlenku sodowego mianowanym roztworem kwasu solnego.

5.4.2.2. Przygotowanie próbki do analizy. 10g badanego szkła wodnego sodowego odważyć w zlewce pojemności 150 cm³ z dokładnością do 0,01g. Rozcieńczyć wodą do objętości ~ 50 cm³ i zagotować do ujednorodnienia roztworu. Po ostudzeniu przenieść roztwór do kolby o pojemności 500 cm³, uzupełnić do kreski wodą destylowaną i wymieszać.

5.4.2.3..Odczynniki i roztwory.

a) kwas solny cz. d. a. - roztwór 0,5m;

b) oranż metylowy – 0,1% roztwór wodny.

5.4.2.4. Wykonanie oznaczenia. 50 cm³ roztworu przygotowanego według punktu 5.4.2.2. odmierzyć pipetą do zlewki o pojemności 250 cm³ i miareczkować kwasem solnym wobec oranżu metylowego do zabarwienia cebulkowego. Roztwór w zlewce zachować do dalszych oznaczeń.

Zawartość tlenu sodowego / X₁ / obliczyć w procentach wg. wzoru:

$$X_1 = \frac{V \times 0,0155 \times 500 \times 100}{m \times 50} \% = \frac{V \times 15,5}{m} \%$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,5m roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania [cm³].

m - odważka odważka badanej próbki wg. 5.4.2.2. [g].

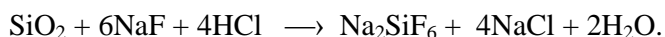
0,0155 - ilość tlenu sodowego /Na₂O/ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5m roztworu kwasu solnego [g].

5.4.2.5.Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5% wyniku mniejszego.

5.4.3.Oznaczenie zawartości krzemionki metodą potencjometryczną.

5.4.3.1. Zasada metody. Do obojętnego roztworu szkła wodnego sodowego dodaje się fluorku sodowego i mianowanego roztworu kwasu solnego.

Zgodnie z reakcją:



tworzy się fluorokrzemian sodowy zużywając równoważną ilość kwasu solnego. Nadmiar dodanego kwasu odmiareczkuje się roztworem wodorotlenku sodowego.

Z ilości zużytego kwasu solnego oblicza się zawartość krzemionki.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory.

a) Fluorek sodowy cz. d. a. roztwór nasycony:

Odważyć 20 g fluorku sodowego cz. d. a. rozpuścić w 500 cm³ wody, wymieszać i zostawić do odstania. Odstany roztwór przelać do pojemnika polietylenowego.

b) Kwas solny cz. d. a. 0,5m roztwór.

c) Wodorotlenek sodowy cz. d. a. 0,5m roztwór.

5.4.3.3. Aparatura.

- a) Potencjometr lub pehametr;
- b) Elektroda kombinowana;
- c) Mieszadło mechaniczne.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczenia. Do obojętnego roztworu szkła wodnego sodowego, w którym uprzednio oznaczono tlenek sodowy wg. 5.4.2. dodać z biurety 50 cm³ 0,5m roztworu kwasu solnego i 60 cm³ roztworu fluorku sodowego. Następnie, po zanurzeniu elektrod i uruchomieniu mieszadełka, nadmiar kwasu solnego odmiareczkować potencjometrycznie 0,5m roztworem wodorotlenku sodowego. Początkowo dodawać wodorotlenek sodowy z biurety porcjami po około 1 cm³. Gdy zmiana zabarwienia roztworu z czerwonego na cebulkowe będzie wskazywać na bliski koniec reakcji, dodawać po 2 krople wodorotlenku sodowego i obserwować zmiany potencjału. Koniec miareczkowania wyznacza ta objętość 0,5m roztworu wodorotlenku sodowego, przy której po dodaniu 2 kropli tego odczynnika występuje największy skok potencjału.

W tych samych warunkach i w ten sam sposób przeprowadzić potencjometryczne miareczkowanie próby ślepej zawierającej 60 cm³ roztworu fluorku sodowego i 50 cm³ 0,5m roztworu kwasu solnego.

Zawartość krzemionki /X₂/ obliczyć w procentach wg. wzoru:

$$X_2 = \frac{(V - V_1 - V_2) \times 0,0075 \times 500 \times 100}{m \times 50} \% = \frac{(V - V_1 - V_2) \times 7,5}{m} \%$$

w którym:

m - odważka badanej próbki wg.5.4.2.2., [g]

V - objętość ściśle 0,5m roztworu kwasu solnego dodanego do próbki badanej w nadmiarze, [cm³]

V₁ - objętość ściśle 0,5m roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru 0,5m roztworu kwasu solnego, [cm]

V₂ - różnica między objętością ściśle 0,5m kwasu solnego a objętością ściśle 0,5m wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania tego kwasu w obecności 60 cm³ roztworu fluorku sodowego (ślepa próba), [cm³]

0,0075 - ilość krzemionki /SiO₂/ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5m roztworu kwasu solnego, [g]

5.4.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5% wyniku mniejszego.

5.4.5. Obliczanie modułu molowego. Moduł molowy M obliczyć na podstawie wyników uzyskanych wg 5.4.2 i 5.4.3. stosując wzór obliczeniowy:

$$M = \frac{X_2}{X_1} \times 1,032$$

w którym:

X₁ - zawartość tlenu sodowego, [%];

X₂ - zawartość krzemionki, [%];

1,032 - współczynnik przeliczeniowy z jednostek wagowych na mole.

5.4.6. Oznaczenie gęstości. Gęstość należy oznaczać areometrem z podziałką 0,001g/cm³. Szkło wodne sodowe po doprowadzeniu do temperatury 20°C wlać do cylindra szklanego o pojemności 250 cm³. Ciecz należy wlewać ostrożnie po ścianie cylindra, aby nie powstały w niej pęcherzyki powietrza. Następnie zanurzyć ostrożnie areometr i odczytać na podziałce wartość według górnego menisku. Oznaczenie należy wykonać szybko, ponieważ powierzchnia szkła wodnego pokrywa się w krótkim czasie błoną utrudniającą pomiar.

5.4.7. Oznaczenie zawartości żelaza.

5.4.7.1. Zasada metody. Metoda polega na tworzeniu trwałego czerwonego kompleksu Fe²⁺ z 2,2' - dwupirydylem przy pH 2,5 ÷ 8,0 i fotometrycznym oznaczeniu jego stężenia.

5.4.7.2. Odczynniki, roztwory i aparatura. - wg normy PN - 81/C - 04521.02 pkt 3.i 4.

5.4.7.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 5 kolb pomiarowych o pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0 ;5 ;10 ;15; 20 cm³ roztworu wzorcowego, co odpowiada: 0; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200 mg Fe, uzupełnić objętość wodą w każdej kolbie do 50 cm³ i dalej postępować zgodnie z PN - 81/C - 04521.02 pkt 6.

5.4.7.4. Wykonanie oznaczenia. Do kolby pomiarowej o pojemności 100 cm³ odmierzyć pipetą, bezpośrednio po przygotowaniu wg. 5.4.2.2., 50 cm³ badanego roztworu, zobojętnić kwasem solnym i dalej postępować zgodnie z PN - 81/C - 04521.02 pkt 7.

Zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe₂O₃ /X₄/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_4 = \frac{m \times 1,4297 \times 500 \times 100}{m_1 \times 50 \times 1000} \% = \frac{m \times 1,4297}{m_1} \%$$

w którym:

m – zawartość żelaza odczytana ze wskazania spektrofotometru [mg];

m₁ – odważka badanego produktu [g];

1,4297 - współczynnik przeliczeniowy żelaza na Fe₂O₃.

5.4.8. Oznaczenie zawartości tlenku wapniowego.

5.4.8.1. Zasada metody polega na kolorymetrycznym oznaczeniu zmętnienia powstałego w czasie reakcji jonów wapnia ze szczawianem amonowym po uprzednim usunięciu krzemionki i żelaza.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory.

a) amoniak cz. d. a., roztwory: 10- i 25-procentowy;

b) czerwień metylowa, roztwór alkoholowy 0,1 procentowy;

c) kwas solny cz. d. a. (d-1,18 g/cm³) i roztwór 1 +1;

d) nasycony roztwór szczawianu amonowego;

e) wzorcowy roztwór wapnia przygotowany wg PN - 81/C - 06500. 1 cm³ wzorcowego roztworu zawiera 1 mg Ca²⁺.

5.4.8.3. Wykonanie oznaczenia. Około 5 g badanego szkła wodnego sodowego odważyć w zamkniętym naczyniu z dokładnością do 0,1 g. Odważoną próbkę spłukać gorącą wodą do parownicy porcelanowej o pojemności 150 cm³, dodać około 15 cm³ kwasu solnego (d-1,18g/cm³), odparować do sucha na łaźni piaskowej w temperaturze nie przekraczającej 120°C. Następnie zwilżyć próbkę kwasem solnym (d-1,18g/cm³), spłukać ścianki parownicy, ponownie odparować do sucha i suszyć w temperaturze 120°C w ciągu 1h. Do zawartości parownicy dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego (1 +1) i około 70 cm³ gorącej wody, zagotować i następnie po ostudzeniu przelać roztwór wraz z osadem do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i po ostudzeniu do temperatury 20°C dopełnić wodą do kreski. Roztwór z kolby przesączyć przez suchy sącdek do suchego naczynia. 200 cm³ przesącza odmierzyć pipetą do zlewki o pojemności 500 cm³, zagotować, dodać 10-procentowego roztworu amoniaku do reakcji słabo alkalicznej (wobec czerwieni metylowej) i pozostawić na 1h w celu skoagulowania osadu, a następnie przesączyć. Przesącz (po oddzieleniu glinu i żelaza) przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 250 cm³ i dopełnić wodą do kreski. Z kolby pobrać 50 cm³ roztworu i przenieść ilościowo do zlewki o pojemności 100 cm³, dodać 2 cm³ 25-procentowego roztworu amoniaku, zagotować, po czym dodać 5 cm³ nasyconego roztworu szczawianu amonowego. Równocześnie z roztworem badanym przygotować roztwór porównawczy w następujący sposób: do kilku zlewek o pojemności 100 cm³ odmierzyć po 50 cm³ wody destylowanej, dodać po 2 cm³ 25-procentowego roztworu amoniaku oraz odpowiednio 5; 4; 3; 2; 1; 0,5 cm³ roztworu wzorcowego wapnia. Zawartość zlewek zagotować i do każdej zlewki dodać po 5 cm³ roztworu szczawianu amonowego. Roztwór badany i roztwory porównawcze odstawić na 1 h, po czym porównać zmętnienia.

Zawartość tlenu wapniowego (X₅) obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_5 = \frac{a \times 1,4 \times 250 \times 100 \times 250}{m \times 50 \times 200}$$

w którym:

a - ilość wapnia dodanego do roztworu porównawczego wskazującego jednakowe zmętnienie z badaną próbką, [g];

m - odważka badanego szkła wodnego, [g];

1,4 - współczynnik przeliczeniowy wapnia na tlenek wapnia.

5.4.8.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 20% wyniku mniejszego.

5.4.9. Pomiar lepkości dynamicznej. Pomiar lepkości dynamicznej należy wykonać lepkościomierzem Brookfielda zgodnie z instrukcją obsługi załączoną do przyrządu.

5.4.10. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

5.4.10.1. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 25 g szkła wodnego sodowego z dokładnością do 0,1g, rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 250 cm³, ogrzać do temperatury 80°C utrzymując tę temperaturę w czasie sączenia. Przesączyć roztwór szkła wodnego przez bezpopiołowy, miękki sącdek i przemyć gorącą wodą (o temperaturze 60÷80°C) do zaniku odczynu alkalicznego (próba z fenoloftaleiną) Sącdek z osadem wysuszyć i wyprażyć w temperaturze 800°C do stałej masy. Ostudzić i zważyć z dokładnością do 0,0002g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₆) obliczyć w procentach wg. wzoru:

$$X_6 = \frac{m_1 \times 100}{m} \%$$

w którym:

m_1 - masa próbki po wyprażeniu [g];

m - odważka badanego szkła wodnego [g].

5.4.10.2..Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 20% wyniku mniejszego.

5.4.11. Oznaczenie punktu koagulacji

5.4.11.1. Zasada metody. Roztwór koloidalny szkła wodnego stabilizowany jest za pomocą jonów sodowych. Poprzez dodanie odpowiedniej ilości kwasu dochodzi do przerwania stabilizującego działania jonów a tym samym do powstania żelu. Dana ilość kwasu solnego potrzebna do wywołania objawów żelowania próbki, zgodna z ilością jonów utrwalających podanych w % Na_2O , stanowi punkt koagulacji.

5.4.11.2 Odczynniki i roztwory.

- a) kwas solny -1m.

5.4.11.3 Aparatura.

- a) biureta automatyczna o pojemności 50 cm^3 .
- b) stoper
- c) zlewki o pojemności 150 cm^3
- d) mieszadło magnetyczne

5.4.11.4. Przygotowanie próbki. 250 cm^3 szkła wodnego o temperaturze $19 \div 21^\circ \text{C}$.

5.4.11.5. Wykonanie oznaczenia. Do zlewki o pojemności 150 cm^3 z zawartością szkła wodnego w ilości $10 \pm 0,1 \text{ g}$ dodajemy 1m HCl podczas stałego mieszania mieszadłem magnetycznym aż do momentu powstania zmiany lepkości. Objawia się to wyraźnym zmniejszeniem zarysów wirowania na powierzchni próbki. Kwas dodaje się kroplami. Dodanie ostatnich 2 cm^3 należy przedłużyć w czasie do 30-40 kropli na minutę. Ostateczna ilość zużytego kwasu odczytana zostaje przy całkowitym wyrównaniu powierzchni próbki (V). Ustalanie zużycia kwasu przeprowadza się trzykrotnie. Do obliczenia punktu koagulacji wyliczamy wartość średnią z trzech oznaczeń.

5.4.11.6. Wyniki

Punkt koagulacji w % Na_2O (pK) obliczamy następująco:

$$\text{pK} = 0,31 \times V$$

Przy czym V oznacza ilość zużytego roztworu kwasu solnego w cm^3 .

5.4.12. Wyznaczanie wartości p-value i m- value.

5.4.12.1. Zasada metody. Metoda jest przeznaczona dla produktów, których pH 1% roztworu jest większe niż 8,4. Roztwór próbki jest miareczkowany mianowanym 1 m roztworem HCl do pH=8,4 dla określenia p-value i do pH= 3,4 dla określenia m-value. Wartość p-value i m-value wyrażona jest w ml 1m HCl na 1g próbki (ml/g).

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

- a) mianowany 1m roztwór HCl.

5.4.12.3 Aparatura.

- a) pH-metr z kombinowaną elektrodą pH
b) biureta 20 ml
c) szkło laboratoryjne

5.4.12.4. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 20 g szkła wodnego sodowego w kolbie miarowej 1000 ml. Dodać około 800 ml wody i mieszać przez 10 minut przy użyciu mieszadła magnetycznego, następnie uzupełnić do kreski wodą. Odmierzyć pipetą jednomiarową 50 ml roztworu i przenieść go do kolby o pojemności 150 ml, dodać 50 ml wody aby uzyskać 1% roztwór. Zmierzyć pH roztworu. Miareczkować 1m roztworem HCl aż do uzyskania wartości pH=8,4 ; zanotować objętość roztworu kwasu, która została zużyta na miareczkowanie. Kontynuować następnie miareczkowanie do uzyskania wartości pH=3,4 i zapisać ilość zużytego HCl od początku miareczkowania do uzyskania pH=3,4.

5.4.12.5. Wyniki

p-value i m-value wyliczamy w/g poniższych wzorów:

$$p\text{-value} = \frac{V_{8,4} \times 20}{W}$$

$$m\text{-value} = \frac{V_{3,4} \times 20}{W}$$

$V_{8,4}$ - objętość 1m HCl zużyta podczas miareczkowania do pH = 8,4 [ml]

$V_{3,4}$ - objętość 1m HCl zużyta podczas miareczkowania do pH = 3,4 [ml]

W - waga próbki [g]

13. Ocena partii. Partię należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania przeprowadzone wg tabeli 2 w zakresie badań ustalonych dla każdej partii wyrobu odpowiadają wymaganiom szczegółowym podanym w tabeli 1.

KONIEC

ZATWIERDZAM:

INFORMACJE DODATKOWE.

1. Instytucja opracowująca normę : Zakłady Chemiczne „Rudniki” S.A.

2. Normy 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 - 89/C - 06500 - „Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych.”

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

PN - 89/O - 79021 - „Opakowania . System wymiarowy.”

3. Przepisy transportowe dotyczące przewozu substancji niebezpiecznych RID/ADR:

Szkło wodne sodowe nie jest materiałem niebezpiecznym w rozumieniu przepisów RID i ADR.

4. Wydanie I – styczeń 2003 r.

5. Autor normy : mgr Władysław Smoleń