

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Wyroby z węgla uszlachetnionych Węgiel kostny	6081-02
		Zamiast RN-61/MPCh-1945
		Grupa katalogowa X 91

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węgiel kostny (Carbonex) otrzymywany przez suchą destylację kości odtłuszczonych.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Węgiel kostny stosuje się jako środek sorpcyjny odbarwiający i oczyszczający głównie w przemyśle spożywczym oraz do produkcji czerni.

1.3. Określenia. Węgiel wzorcowy jest to węgiel aktywny gatunku CWH-2 (Carbopol H-2) o liczbie miligramowej Mg-220 i liczbie metylenowej Ml-20 (wg PN-59/C-97551).

1.4. Rodzaje. W zależności od uziarnienia rozróżnia się 6 rodzajów węgla kostnego wg tabl. 1.

Tablica 1

Nazwa rodzaju	Carbonex pył	Carbonex 1/3	Carbonex 4/6	Carbonex 8/10	Carbonex 13/20	Carbonex 21/40
Wielkość ziarna, mm	0÷0,120	1÷3	4÷6	8÷10	13÷20	21÷40

Dopuszcza się produkcję węgla kostnego o innym uziarnieniu po uprzednim uzgodnieniu warunków odbioru pomiędzy dostawcą i odbiorcą.

1.5. Przykład oznaczenia węgla kostnego o uziarnieniu 4÷6 mm:

CARBONEX 4/6 BN-66/6081-02

1.6. Normy związane

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-59/C-97551 Węgla aktywowane odbarwiające

PN-64/C-97554 Węgiel aktywny adsorpcyjny formowany

2. WYMAGANIA

2.1. Wygląd zewnętrzny. Węgiel kostny jest ciałem stałym bezwonny i bez smaku o barwie matowoczarnej w postaci pyłu lub nieregularnych ziaren mający własności aktywne i higroskopijne.

Domieszka węgla innego pochodzenia i części błyszczących, przepalonych lub gąbczastych oraz innych substancji obcych jest niedopuszczalna.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 4 sierpnia 1966 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1967 r.

(Mon. Pol. nr 56/1966 poz. 275)

2.2. Wymagania fizyko-chemiczne węgla kostnego "Carbonex" - wg tabl. 2.

Tablica 2

Wyszczególnienie parametrów	Dane liczbowe dla poszczególnych gatunków					
	Carbo-nex pył	Carbo-nex 1/3	Carbo-nex 4/6	Carbo-nex 8/10	Carbo-nex 13/20	Carbo-nex 21/40
a) Zawartość wilgoci, %, najwyżej	5	5	5	5	5	5
b) Zawartość węgla pierwiastkowego, %, najwyżej	10	10	10	10	10	10
c) Zawartość zanieczyszczeń mineralnych, %, najwyżej	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
d) Zawartość siarczanu wapniowego, %, najwyżej	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
e) Zawartość jonów żelaza, %, najwyżej	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
f) Zawartość węglanu wapniowego, %, najwyżej	8	8	8	8	8	8
g) Zawartość substancji organicznych	ślady	ślady	ślady	ślady	ślady	ślady
h) Siła odbarwienia syropu ziemniaczanego, %, co najmniej	40	40	40	40	40	40
i) Masa nasypowa, g/l	900÷950	730÷780	700÷750	530÷580	500÷550	330÷380
k) Wytrzymałość mechaniczna węgla ziarnistych, %, co najmniej	85	85	85	85	85	85
l) Ścieralność węgla ziarnistych, %, najwyżej	2	2	2	2	2	2
ł) Zawartość ziarna właściwego, %	90	85	85	85	85	85
m) Zawartość podziarna, %, najwyżej	5	5	5	5	5	5
n) Zawartość nadziarna, %, najwyżej	10	10	10	10	10	10

3. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Pakowanie. Węgiel kostny powinien być pakowany w worki papierowe czterowarstwowe lub bębny tekturowe mieszczące 50 kg produktu. Węgiel kostny przeznaczony do transportu morskiego powinien być pakowany w czterowarstwowe worki papierowe z wkładką wodoodporną i zabezpieczony workiem jutowym. Zamknięcie worków papierowych powinno być szyte i zabezpieczone kapturem ochronnym.

Na opakowaniach z węglem kostnym należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie zgodnie z 1.5,
- numer partii,
- wagę brutto i netto,
- miesiąc i rok produkcji.

3.2. Przechowywanie. Węgiel kostny powinien być przechowywany w suchych i przewiewnych magazynach zbudowanych z materiałów ogniotrwałych. W pomieszczeniach tych nie powinny być przechowywane materiały łatwo zapalne, żrące lub wydzielające zapachy.

Worki z produktem powinny być układane na kratownicach drewnianych, umożliwiając swobodny przepływ powietrza między workami.

3.3. Transport. Węgiel kostny powinien być transportowany w krytych wagonach kolejowych lub innymi środkami transportu, zabezpieczającymi produkt przed opadami atmosferycznymi i wyziewami materiałów żrących i wydzielających zapachy.

4. BADANIA

4.1. Wielkość partii. Partię stanowi węgiel kostny jednolity pod względem uziarnienia i jakości. Wielkość partii nie powinna przekraczać 5000 kg.

4.2. Program badań

- a) oznaczanie zawartości wilgoci,
- b) oznaczanie zawartości węgla pierwiastkowego i zanieczyszczeń mineralnych,
- c) oznaczanie zawartości siarczanu wapniowego,
- d) oznaczanie zawartości jonów żelaza,
- e) oznaczanie zawartości węglanu wapniowego,
- f) próba na obecność substancji organicznych,
- g) oznaczanie siły odbarwienia syropu ziemniaczanego,
- h) oznaczanie masy nasypowej,
- i) oznaczanie wytrzymałości mechanicznej węgla ziarnistych,
- k) oznaczanie ścieralności węgla ziarnistych,
- l) oznaczanie uziarnienia.

4.3. Pobieranie próbek jednostkowych. Wytyczne ogólne pobierania próbek ustala PN/C-04507. W zależności od liczby opakowań w partii należy wybrać liczbę opakowań do pobierania próbek jednostkowych wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9

Próbkę należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60010. Wielkość próbki ogólnej niezależnie od liczby próbek jednostkowych powinna wynosić 1800 g. Ze średniej próbki ogólnej należy pobrać próbkę laboratoryjną w ilości 600 g.

4.4. Opis badań

4.4.1. Oznaczanie zawartości wilgoci

4.4.1.1. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanego węgla kostnego rozdrobnionego do pyłu należy odważyć z dokładnością do 0,001 g w zważonym z tą samą dokładnością naczynku wagowym wysuszonym w temperaturze 130°C. Otwarte naczynko wagowe z odważką należy umieścić w suszarce o temperaturze 130 ± 3°C, kładąc pokrywkę obok naczynka. Po upływie 3 godz naczynko wraz z pokrywką należy przenieść do eksykatora i po ostudzeniu zważyć. Zawartość wilgoci (X) w badanym węglu należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a-b}{a} \cdot 100$$

w którym:

a - odważka badanego węgla kostnego, g,

b - masa badanego węgla po wysuszeniu, g.

4.4.1.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku wyższego.

4.4.2. Oznaczanie zawartości węgla pierwiastkowego i zanieczyszczeń mineralnych

4.4.2.1. Wykonanie oznaczania. Około 10 g węgla kostnego, uprzednio wysuszonego w temperaturze 130°C, odważyć z dokładnością do 0,01 g i umieścić w zlewce o pojemności 400 ml.

Węgiel należy zwilżyć małą ilością wody i następnie dolać 50 ml stężonego kwasu solnego. Reakcja przebiega gwałtownie. Po całkowitym wydzieleniu się dwutlenku węgla należy gotować zawartość zlewki przez 15 min.

Ochłodzony i rozcieńczony roztwór należy odsączyć przez wysuszony i zważony sączek ilościowy. Osad stanowi węgiel i nierozpuszczalne zanieczyszczenia mineralne. Osad należy przepłukać do zaniku reakcji kwaśnej i przesącz odstawić do dalszych oznaczeń. Sączek z osadem należy wysuszyć w temperaturze 120°C, przenieść do tygla i prażyć w temperaturze 850°C do stałej masy.

Całkowitą zawartość węgla i zanieczyszczeń mineralnych (X_2) w badanym węglu należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a - b)}{c} \cdot 100$$

w którym:

a - masa sączka z osadem po wysuszeniu, g,

b - masa sączka, g,

c - odważka węgla, g.

Zawartość zanieczyszczeń mineralnych (X_3) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_1 - b_1}{c} \cdot 100$$

w którym:

a_1 - masa tygla z osadem po prażeniu, g,

b_1 - masa tygla, g,

c - odważka węgla, g.

Zawartość węgla (X_4) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = X_2 - X_3$$

w którym:

X_2 - zawartość węgla i zanieczyszczeń mineralnych, %,

X_3 - zawartość zanieczyszczeń mineralnych, %.

4.4.2.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

4.4.3. Oznaczanie zawartości siarczanu wapniowego

4.4.3.1. Wykonanie oznaczania. Odstawiony przesącz z poprzedniego oznaczania podgrzać do wrzenia i kroplami dodawać 10-procentowego roztworu chlorku barowego. Powstający osad siarczanu barowego wytrącić na gorąco. Roztwór z osadem należy pozostawić do dnia następnego, po czym sączyć przez sączek ilościowy. W celu usunięcia innych soli otrzymany osad należy zagotować z rozcieńczonym 2n kwasem solnym, ponownie przesączyć, przemyć i prażyć do stałej masy.

Zawartość siarczanu wapniowego (X_5) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a \cdot 0,5833 \cdot 100}{c}$$

w którym:

a - osad po prażeniu, g,

c - odważka węgla, g,

0,5833 - współczynnik przeliczeniowy.

4.4.3.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

4.4.4. Oznaczanie zawartości jonów żelaza

4.4.4.1. Odczynniki

a) Woda utleniona, roztwór 6-procentowy.

b) Rodanek amonowy, roztwór 20-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy: do 50 ml wody destylowanej dodać 10 ml 6-procentowego roztworu wody utlenionej i 10 ml 20-procentowego roztworu rodanku amonowego.

d) Siarczan żelazowo-amonowy: 0,7017 g siarczanu żelazowo-amonowego w 1000 ml wody destylowanej; 1 ml siarczanu żelazowo-amonowego odpowiada 0,1 mg Fe.

4.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Przesącz z poprzedniego oznaczania zlać do kolby pomiarowej o objętości 1000 ml. Z kolby odpipetować 5 ml przesączu i uzupełnić wodą destylowaną do 50 ml. Następnie dodać 10 ml 6-procentowego roztworu wody utlenionej i 10 ml 20-procentowego roztworu rodanku amonowego.

Powstające czerwone zabarwienie porównać w kolorymetrze z roztworem wzorcowym, do którego dodaje się kroplami roztwór siarczanu żelazowo-amonowego do uzyskania takiego samego zabarwienia jak w roztworze badanym.

Zawartość jonów żelaza (X_6) w węglu kostnym obliczyć w procentach wg wzoru

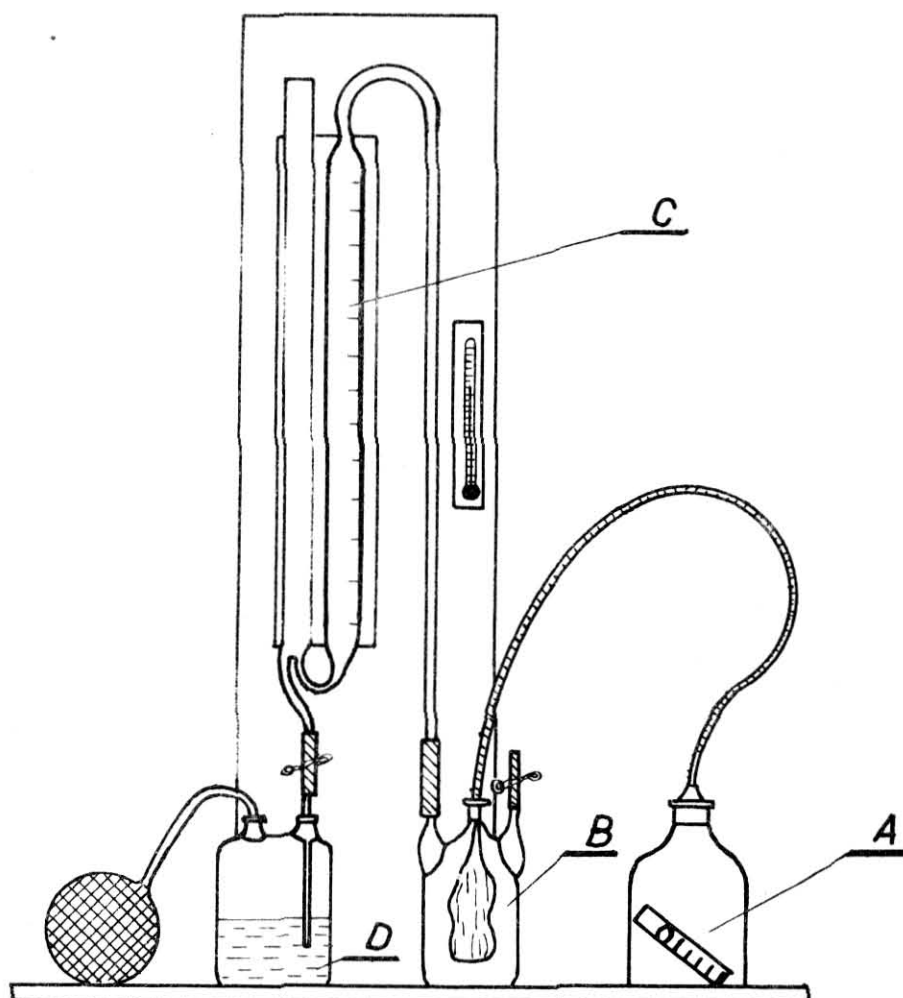
$$X_6 = \frac{a \cdot 200 \cdot 10}{1000}$$

w którym: a - objętość dodanego roztworu siarczanu żelazowo-amonowego, ml.

4.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

4.4.5. Oznaczanie zawartości węglanu wapniowego

4.4.5.1. Aparatura. Zestaw - wg rysunku.



Aparat Scheiblera:
 A - naczynie zawierające węgiel kostny oraz małą probówkę z kwasem solnym,
 B - butelka z gumową osłoną,
 C - skalibrowana rura,
 D - butla służąca do napełniania aparatu wodą.

4.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,7 g sproszkowanego węgla kostnego przenieść ilościowo do naczynia A aparatu Scheiblera. W tym samym naczyniu umieścić małą probówkę z

15 ml 24-procentowego kwasu solnego. Przez nachylenie naczynia nastąpi zetknięcie się kwasu z węglem i wydziela się dwutlenek węgla, który poprzez rozszerzenie zasłony gumowej butli D powoduje obniżenie się poziomu wody w rurze C. Rura C jest skalibrowana w stopniach Scheiblera ($1^{\circ} = 4 \text{ ml}$). Odczytaną objętość po uwzględnieniu temperatury przeliczyć na procentową zawartość węglanu wapniowego w węglu wg załącznika.

4.4.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

4.4.6. Próba na obecność substancji organicznych. Do 100 g węgla kostnego o wielkości ziarna wg 1.4 umieszczonego w zlewce o pojemności 500 ml dodać 50 ml 4,56-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego (7°Bé).

Po zagotowaniu zlewkę zdjąć z palnika, a jej zawartość przesączyć. Zawartość substancji organicznych jest zależna od barwy roztworu:

- roztwór bezbarwny - brak substancji organicznych,
- roztwór o barwie żółtej - ślady substancji organicznych,
- roztwór o barwie brunatnej - znaczna zawartość substancji organicznych.

4.4.7. Oznaczanie siły odbarwienia syropu ziemniaczanego

4.4.7.1. Odczynniki

- a) Syrop ziemniaczany bezbarwny.
- b) Węgiel wzorcowy wg 1.3.
- c) Roztwór porównawczy: do 400 ml wody destylowanej dodać 2 ml 0,1n roztworu jodu.

4.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 100 g bezbarwnego syropu zabarwić karmelem do barwy roztworu porównawczego.

Przygotować w zlewkach o pojemności 250 ml 2 próbki po 150 ml roztworu syropu i ogrzewać na łaźni wodnej do temperatury 60°C . Do jednej z tak przygotowanych próbek dodać 0,1 g badanego węgla kostnego, do drugiej 0,1 g węgla wzorcowego, mieszając roztwory stale przez 10 min w temperaturze $60\pm 70^{\circ}\text{C}$. Następnie przesączyć roztwory i po ostudzeniu porównać kolorymetrycznie przesącz węgla badanego z przesączem węgla wzorcowego w probówkach Hehnera, przyjmując za podstawę słupek 100 ml przesączu węgla wzorcowego. Objętość (ml) przesączu badanego węgla wyrażona w procentach jest siłą odbarwienia syropu ziemniaczanego.

4.4.7.3. Wynik. Należy wykonać co najmniej 2 oznaczenia, przyjmując jako wynik średnią arytmetyczną, przy czym różnica między wynikami nie może przekraczać 5%.

4.4.8. Oznaczanie masy nasypowej. Do suchego i zważonego cylindra pomiarowego o objętości 500 ml wsypać porcjami węgiel. Po dodaniu każdej porcji węgla należy stukać brzegiem podstawy cylindra o drewnianą płytę stołu w ciągu 30 sek, trzymając cylinder pochylony pod kątem około 80° . Stukać należy brzegiem podstawy cylindra, jednocześnie obracając go dookoła osi.

Po napełnieniu cylindra do kreski odpowiadającej 500 ml zważyć go z dokładnością do 0,05 g.

W celu określenia masy nasypowej węgla suchego należy od ilości masy węgla wilgotnego odjąć wynik zawartości wilgoci oznaczonej wg 4.4.1.

Masę nasypową suchego węgla (X_1) obliczyć w gramach na liter wg wzoru

$$X_1 = \frac{2a(100-b)}{100}$$

w którym:

- a - masa węgla w cylindrze, g,
- b - zawartość wilgoci węgla oznaczona wg 4.4.1, %.

4.4.9. Oznaczanie wytrzymałości mechanicznej węgla ziarnistych należy wykonać wg PN-64/C-97554.

4.4.10. Oznaczanie ścieralności węgla ziarnistych należy wykonać wg PN-64/C-97554.

4.4.11. Oznaczanie uziarnienia

4.4.11.1. Przyrządy

- a) Wstrząsarka laboratoryjna.
- b) Sito laboratoryjne tkane o wymiarze oczka 0,120 mm - dla węgla pyłowego.
- c) Komplet sit laboratoryjnych z blachy perforowanej o średnicy oczka 1,40 mm - dla węgla ziarnistych.

4.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 100 g badanego węgla kostnego z dokładnością do 0,1 g, wsypać na górne sito kompletu złożonego z sit odpowiadających dolnej i górnej granicy ziarna badanego węgla kostnego. Komplet należy umieścić we wstrząsarce laboratoryjnej, którą uruchomić na 1 min. Po zatrzymaniu się wstrząsarki należy zdjąć kolejne sita i ważyć pozostałość z dokładnością do 0,01 g.

4.4.11.3. Wynik. Masa pozostałości znajdująca się na poszczególnych sitach określa jednocześnie jej procentową zawartość.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

K O N I E C

Załącznik

PROCENTOWA ZAWARTOŚĆ WĘGLANU WAPNIOWEGO WG OZNACZANIA SCHEIBLERA

Odczyt objętości w stopniach Scheiblera	Temperatura, °C						
	12	14	16	18	20	22	24
1	0,80	0,79	0,79	0,78	0,77	0,76	0,76
2	1,88	1,86	1,85	1,83	1,81	1,97	0,78
3	2,95	2,92	2,90	2,77	2,85	2,82	2,79
4	4,01	3,98	3,94	3,91	3,87	3,83	3,94
5	5,07	5,03	4,98	4,93	4,89	4,84	4,79
6	6,11	6,06	6,01	5,95	5,89	5,83	5,78
7	7,14	7,09	7,02	6,96	6,89	6,83	6,75
8	8,17	8,11	8,03	7,96	7,88	7,80	7,72
9	9,19	9,12	9,03	8,95	8,86	8,77	8,68
10	10,20	10,12	10,02	9,93	9,83	9,73	9,63
11	11,20	11,10	11,00	10,98	10,79	10,68	10,57
12	12,20	12,09	11,98	11,87	11,75	11,64	11,52
13	13,20	13,08	12,96	12,84	12,72	12,59	12,56
14	14,20	14,07	13,94	13,81	13,68	13,54	13,41
15	15,20	15,06	14,92	14,78	14,64	14,50	14,35
16	16,20	16,05	15,91	15,76	15,61	15,45	15,29
17	17,20	17,04	16,89	16,73	16,57	16,41	16,24
18	18,20	18,03	17,87	17,70	17,53	17,36	17,80
19	19,20	19,03	18,85	18,77	18,50	18,31	18,13
20	20,20	20,02	19,83	19,65	19,46	19,27	19,07
21	21,20	21,01	20,81	20,72	20,42	20,22	20,01
22	22,20	22,00	21,80	21,59	21,39	21,17	20,96
23	23,20	22,99	22,78	22,56	22,35	22,13	21,19
24	24,20	23,98	23,76	23,54	23,31	23,08	22,85
25	25,20	24,97	24,74	24,51	24,28	24,04	24,79