

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Nitroza	6014-04
		Grupa katalogowa X 12 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest nitroza będąca mieszaniną kwasu azotowego z kwasem siarkowym.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Nitrozę stosuje się głównie w produkcji barwników i materiałów wybuchowych.

1.3. Normy i dokumenty związane
 PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
 PN-67/C-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych PMN z dnia 15 września 1968 (Dz. T. i ZK nr 20, poz. 84 z 1968 r.)

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od zawartości kwasu azotowego i kwasu siarkowego rozróżnia się dwa rodzaje nitrozy, oznaczone cyframi 50/50 i 88/12.

2.2. Gatunki. W zależności od zawartości tlenków azotu rozróżnia się w obu rodzajach dwa gatunki oznaczone kolejno cyframi rzymskimi I i II.

2.3. Przykład oznaczenia nitrozy rodzaju 50/50 gatunku I:

NITROZA 50/50 I BN-72/6014-04

¹⁾ Symbol wg SWW: 1221-144.

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje			
	50/50		88/12	
	Gatunki			
	I	II	I	II
a) Wygląd zewnętrzny	ciecz bezbarwna lub o barwie słomkowej			
b) Kwasu siarkowego, %	50 ± 2 ¹⁾		najmniej 9	
c) Kwasu azotowego, %	50 ± 2 ¹⁾		89 ± 2	
d) Tlenków azotu w przeliczeniu na czterotlenek azotu, %, najwyżej	0,4	0,5	0,4	0,5
e) Wody, %	1 ÷ 2		najwyżej 3	
f) Pozostałość po wyprężeniu, %, najwyżej ²⁾	0,12	0,15	0,12	0,15

¹⁾ Zawartość wody, obliczona wg 5.4.5, przyjmuje wartość ujemną w przypadku, gdy nitroza zawiera wolny trójtlenek siarki. W tym przypadku zawartość kwasu siarkowego oznaczona wg 5.4.2 jest sumą kwasu siarkowego w nitrozie i kwasu siarkowego powstającego z wolnego trójtlenku siarki.

²⁾ Wartość gwarantowana — wykonuje się tylko w przypadku reklamacji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Nitrozę należy pakować do cystern stalowych bez spustów dolnych, z załadunkiem i rozładunkiem górnym.

Na każdej cysternie należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2.3,
- znak niebezpieczeństwa dla materiałów żrących zgodnie z PN-67/O-79252 p. 2.3.6,
- numer partii,
- masę brutto i netto.

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia „Petrochemia” dnia 4 grudnia 1972 r., jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r. (Dz. Norm. i Miary nr 5/1973 poz. 12)

4.2. Przechowywanie. Nitrozę należy przechowywać w zbiornikach metalowych nitowanych lub stalowych spawanych, wyłożonych płytkami ceramicznymi kwasoodpornymi lub w zbiornikach ze stali kwasoodpornej.

4.3. Transport. Nitrozę należy przewozić w cysternach z zachowaniem wymagań wg 4.2 oraz Przepisów o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych.

W przypadku eksportu transport nitrozy należy uzgodnić z odbiorcą z zachowaniem przepisów Ministerstwa Komunikacji.

5. BADANIA

5.1. Program badań

Rodzaje badań	Grupy badań	
	pełne	niepełne
a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego	+	+
b) Oznaczanie zawartości kwasu siarkowego	+	+
c) Oznaczanie zawartości kwasu azotowego	+	+
d) Oznaczanie zawartości tlenków azotu	+	+
e) Obliczanie zawartości wody	+	+
f) Oznaczanie pozostałości po wyparzeniu	+	

Znak + oznacza obowiązek przeprowadzania badań. Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii.

Badania pełne przeprowadza się na żądanie odbiorcy.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny, napełnionej produktem jednego rodzaju i gatunku, przeznaczonej dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne PN-67/C-04500. Próbkę pierwotną należy pobierać z każdej cysterny przez górny otwór z całej wysokości słupa cieczy, stosując zgłębnik stalowy w kształcie rury. Pobrane próbki pierwotne należy wlać do czystego, suchego naczynka odpowiedniej pojemności. Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną o masie co najmniej 3 kg, należy dokładnie wymieszać, a następnie pobrać z niej średnią próbkę laboratoryjną o masie 1 kg. U producenta dopuszcza się pobieranie próbek ze zbiorników, z których napełnia się cysterny.

Pakowanie i przeznaczenie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać zgodnie z PN-67/C-04500 p. 6.1 ÷ 6.3.

Próbkę rozjemczą należy przechowywać w ciągu miesiąca od daty wysyłki.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy wykonać oglądając próbkę napełnioną nitrozą nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasu siarkowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Aldehyd mrówkowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy,

b) p-Nitrofenol, roztwór 0,2-procentowy.

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

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Do naczynka wagowego zważonego z dokładnością do 0,0002 g wlać pipetą nurkową, przepłukaną badaną nitrozą, około 1 cm³ (1 ÷ 2 g) nitrozy 50/50 lub około 5 cm³ (7 ÷ 10 g) nitrozy 88/12 tak, aby nie zwilżyć szlifu. Zamknięte naczynko zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Próbkę można również odważyć za pomocą pipety do odważania cieczy.

Zawartość naczynka spłukać ilościowo małą ilością wody do parowniczkę porcelanowej i odparować całkowicie kwas azotowy na wrzącej łaźni wodnej. Pod koniec odparowywania dodać kroplę formaliny dla sprawdzenia, czy kwas azotowy został całkowicie odparowany. W przypadku wydzielania się tlenków azotu dodać 2 ÷ 3 cm³ wody, odparować i powtórzyć próbę na obecność kwasu azotowego.

Po całkowitym odparowaniu kwasu azotowego próbkę spłukać ilościowo za pomocą 50 ÷ 80 cm³ wody do kolby lub zlewki, dodać 1 cm³ roztworu p-nitrofenolu i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania słomkowego zabarwienia roztworu.

Zawartość kwasu siarkowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,02452 \cdot 100}{m} = \frac{2,452 \cdot V}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania kwasu siarkowego, cm³,

m — odważka nitrozy, g,

0,02452 — ilość kwasu siarkowego odpowiadająca 1 cm³ 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,4%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) p-Nitrofenol, roztwór 0,2-procentowy,

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g nitrozy z dokładnością do 0,0002 g w cienkościenną szklanej ampulce. Ampulkę wprowadzić do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ z około 100 cm³ wody, zamknąć korkiem gumowym i rozbić ampulkę przez energiczne wstrząsanie. Dla łatwiejszego rozbicia można do kolby wprowadzić kilka kulek szklanych o średnicy około 5 mm. Po zniknięciu par z nadmanganianu wyjąć korek i spłukać go wodą do kolby. Resztki ampulki rozbić przecikiem szklanym, a przecik spłukać wodą do kolby. Do roztworu dodać 1 cm³ roztworu p-nitrofenolu i miareczkować 0,5 n roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania słomkowego zabarwienia.

Zawartość kwasu azotowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,003151 \cdot 100}{m} - (1,29 \cdot X_1) - (1,37 \cdot X_3) \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania, cm³,
- m — odważka nitrozy, g,
- X_1 — zawartość kwasu siarkowego oznaczona wg 5.4.1, %,
- X_3 — zawartość tlenków azotu oznaczona wg 5.4.3, %,
- 0,03151 — ilość kwasu azotowego odpowiadająca 1 cm³ 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, %,
- 1,29 — mnożnik przeliczeniowy kwasu siarkowego na kwas azotowy,
- 1,37 — mnożnik przeliczeniowy czterotlenku azotu na kwas azotowy.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,4%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości tlenków azotu

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jodek potasowy cz.d.a.
- b) Nadmanganian potasowy, roztwór 0,1 n.
- c) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1-procentowy.
- d) Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,1n.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 100 cm³ odmierzyć z biurety 15 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego, dodać 15 cm³ wody, a następnie odmierzyć kalibrowaną pipetą nurkową taką ilość badanej nitrozy, aby odpowiadała masie 7 g odważki (średnia gęstość nitrozy wynosi dla rodzaju 50/50 — 1,76 g/cm³, a dla rodzaju 88/12 — 1,57 g/cm³). Kolbę zamknąć korkiem

i odstawić na 30 min mieszając od czasu do czasu. Następnie dodać do kolby 1 g jodku potasowego, wymieszać i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość tlenków azotu w przeliczeniu na czterotlenek azotu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0046 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,46}{m} \quad (3)$$

w którym:

- V_1 — objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, cm³,
- V_2 — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru nadmanganianu potasowego, cm³,
- m — masa próbki, g,
- 0,0045 — ilość czterotlenku azotu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,04%.

5.4.5. Obliczanie zawartości wody. Zawartość wody (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = 100 - (X_1 + X_2 + X_3) \quad (4)$$

w którym:

- X_1 — zawartość kwasu siarkowego oznaczona wg 5.4.1, %,
- X_2 — zawartość kwasu azotowego oznaczona wg 5.4.2, %,
- X_3 — zawartość czterotlenku azotu oznaczona wg 5.4.3, %.

5.4.6. Oznaczanie pozostałości po prażeniu.

10 ÷ 15 g nitrozy zważyć w naczyniu wagowym w sposób podany w 5.4.1.2 z dokładnością do 0,01 g i przenieść do szerokiego tygla platynowego lub porcelanowego uprzednio wyprażonego w temperaturze 600°C i zważonego z dokładnością do 0,0002 g. Tygiel ogrzewać do zaniku par kwasu siarkowego i prażyć w temperaturze 600°C do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

- m_1 — odważka badanej nitrozy, g,
- m — masa wyprażonej pozostałości, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,04%.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię nitrozy należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, je-

żeli wyniki badań próbki nitrozy pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie producenta o wynikach badań. Producent na życzenie odbiorcy obowiązany jest przedstawić zaświadczenie o wynikach badań dla każdej partii nitrozy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6014-04

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-84041

- a) rozszerzono granice zawartości kwasu azotowego w rodzaju 88/12,
- b) sprecyzowano dokładniej postanowienia odnośnie pakowania, przechowywania i transportu.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-84041 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1973 r.

2. Klasy materiałów. Wg Przepisów o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych nitrozę należy zaliczyć do klasy V RID.