

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-84
	Odczynniki Węglan amonowy		6191-123
			Zamiast BN-73/6191-123
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest węglan amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan amonowy jest mieszaniną soli amonowych kwasu węglowego o wzorach chemicznych $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ i NH_4HCO_3 oraz karbaminianu amonowego o wzorze chemicznym $\text{NH}_2\text{CO}_2\text{NH}_4$.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki węglanu amonowego:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia węglanu amonowego czystego do analizy:

WĘGLAN AMONOWY cz.d.a. BN-84/6191-123

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan amonowy powinien mieć postać białych, nieregularnych kawałków o długości nie przekraczającej 75 mm o zapachu amoniaku, matowiejących w temperaturze pokojowej wskutek częściowego rozkładu.

Dopuszcza się za zgodą odbiorcy wysyłkę produktu w postaci nieznormalizowanych kawałków.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Amoniak (NH_3), % (m/m), nie mniej niż	31	30
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu, % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
d) Chlorków (Cl^-), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,002

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Związków siarki (SO_4), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,008
f) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0003	0,0005
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Zasady ogólne. Pakowanie, przechowywanie i transport powinien odbywać się zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe. Słoje szklane wg BN-84/6833-23 zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02 z podkładką. Konfekcjonowanie do słoje może odbywać się u dystrybutora przez przepakowanie z worków z folii polietylenowej wykonanych wg wymagań określonych w PN-81/O-79781 po 25 lub 50 kg, umieszczonych w bębnach lekkich.

Masa opakowania jednostkowego: 100, 250, 500 lub 1000 g.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych — zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

4.2.3. Opakowania transportowe

a) Skrzynki drewniane wg BN-63/7161-06 służące jako opakowanie produktu w słojach, zamknięte, odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 2 i odmiany 1. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzyniach w jednej warstwie.

b) Bębny lekkie wg BN-76/5046-02 typ 4 podtyp 3 służące jako opakowanie worków z folii polietylenowej, wyłożone papierem parafinowym i mające odpowiednią odporność mechaniczną wg PN-70/O-79100 dla grupy 2 i klasy 1.

Zgłoszona przez Zakłady Azotowe im. Pawła Findera w Chorzowie
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 17 grudnia 1984 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1985 poz. 8)

Bębny po napełnieniu i zamknięciu należy pomalować farbą zabezpieczającą przed korozją.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego i transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczającego jakość produktu w sposób nie gorszy niż podane opakowania oraz mającego wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych. Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii,
- d) miesiąc i rok produkcji,
- e) masę netto,
- f) znaki manipulacyjne wg PN-76/O-79252 p. 2.4.4 i 2.4.6, a dodatkowo p. 2.4.1 i p. 2.4.3 dla opakowań wg 4.2.3a).

- g) dopuszczalną liczbę warstw składowania — 4.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji opakowania transportowe należy formować na paletach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216 zgodnie z PN-78/O-79021. Ładunek na palecie powinien być zwarty i zabezpieczony przed przesuwaniem oraz deformacją i nie powinien być wyższy niż 1,9 m.

4.4. Przechowywanie węgla amonowego konfekcjonowanego zgodnie z PN-70/C-80001.

Węgiel amonowy w bębnach lekkich należy przechowywać w pomieszczeniach suchych, w temperaturze nie przekraczającej 30°C. Liczba warstw bębnow nie powinna przekraczać 4.

Okres gwarancji — 1 rok.

4.5. Transport. Węgiel amonowy należy przewozić krytymi środkami transportowymi. Ładowanie i wyładunek powinno odbywać się zgodnie z odpowiednimi przepisami dla transportu kolejowego i drogowego¹⁾. W czasie transportu opakowania należy zabezpieczyć przed zawilgoceniem, temperaturą powyżej 30°C, przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości amoniaku (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości siarki (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu w bębnach lekkich stanowi najwyżej 500 kg węgla amonowego jednego gatunku przeznaczonego dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047, w przypadku odczynnika cz. — wg PN-67/C-04500.

Z każdej partii wysyłkowej produktu w bębnach należy pobrać próbki pierwotne o masie około 200 g z następującej liczby opakowań: do trzech z każdego, powyżej trzech z co drugiego. Probki należy pobierać ręcznie, z różnej głębokości, posługując się czystą gumową rękawicą. Pobrane próbki pierwotne należy szybko rozdrobnić na kawałki o średnicy około 3 mm w urządzeniu nie ulegającym korozji pod wpływem soli amonowych i przygotować średnią próbkę laboratoryjną o masie około 500 g.

5.4. Opis badań

5.4.1. Zasady ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

Podane liczby mas odważek oraz dokładności ważenia należy interpretować zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.4.3 i p. 2.4.4, jeżeli w opisie nie podano inaczej.

5.4.2. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego należy wykonać wizualnie.

5.4.3. Oznaczanie zawartości amoniaku (NH₃)

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór mianowany o $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.
- b) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.
- c) Wskaźnik mieszany: czerwień metylowa — błękit metylenowy przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.4.4.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 25,0 g badanego węgla amonowego, rozpuścić w około 200 ml wody, dopełnić w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml wodą do kreski i wymieszać (roztwór A); roztwór należy zachować do oznaczania zawartości chlorków wg p. 5.4.6.

Pobrać pipetą 20 ml roztworu A, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać około 30 ml wody, a następnie z pipety lub biurety 50 ml roztworu kwasu siarkowego. Po wydzieleniu się dwutlenku węgla, usunąć jego resztki przez gotowanie (5-6 min), próbkę ostudzić do temperatury pokojowej, opłukać wodą ścianki kolby, dodać 2-3 krople wskaźnika i miareczkować nadmiar kwasu siarkowego roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy z fioletowej na zieloną.

Zawartość amoniaku (X_1) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - \frac{1}{2} V_2) \cdot 0,01703 \cdot 250 \cdot 100}{m_1 \cdot 20} = \frac{(V_1 - \frac{1}{2} V_2) \cdot 21,2875}{m_1}$$

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

w którym:

V_1 — objętość roztworu kwasu siarkowego, odpowiadająca stężeniu $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,0000 \text{ mol/l}$, dodanego do próbki, ml,

V_2 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego odpowiadająca stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,5000 \text{ mol/l}$, zużytego do odmiareczkowania nadmiaru kwasu siarkowego, ml,

0,01703 — masa amoniaku odpowiadająca 1 ml kwasu siarkowego o $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,0000 \text{ mol/l}$, g,
— masa odważki próbki, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 1% wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Do zlewki pojemności 600 ml odważyć 50,0 g badanego węglanu amonowego dodać około 300 ml wody i ogrzewać do temperatury 90°C stopniowo, w celu uniknięcia burzliwego wydzielania się dwutlenku węgla. Następnie zostawić w tej temperaturze aż ustanie wydzielanie się gazu lub będzie tylko słabe, a następnie sączyć i postępować zgodnie z PN-54/C-04517.

Badany węglan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.4.5. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu. Odważyć 50,0 g badanego węglanu amonowego i około połowy odważki przenieść do tygla porcelanowego pojemności 50 ml, uprzednio wyprażonego do stałej masy w temperaturze 700°C i zważonego z dokładnością do 0,0002 g. Tygiel nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać podnosząc stopniowo temperaturę do około 130°C . Po całkowitym ulotnieniu się białego nalotu ze szkiełka tygiel ostudzić, przenieść drugą część odważki i postępować dalej jak uprzednio. Po ulotnieniu się całego węglanu amonowego usunąć szkiełko, prażyć tygiel w temperaturze 700°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Tygiel z pozostałością po prażeniu (pozostałość B) należy zachować do oznaczania zawartości żelaza wg 5.4.8 oraz metali ciężkich wg 5.4.9.

Badany węglan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości po prażeniu nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz *p*-nitrofenol, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Z roztworu A pobrać 50 ml przy badaniu odczynnika cz.d.a. lub 25 ml przy badaniu odczynnika cz. Jeżeli roztwór A nie jest klarowny należy go najpierw przesączyć przez sączek średniej gęstości, uprzednio wymyty gorącym roztworem 1% (m/m) kwasu azotowego i pierwszą część przesączu odrzucić.

Pobrany pipetą roztwór przenieść do zlewki pojemności 100 ml, wygotować do objętości 5 ml, ostudzić, dodać 1 kroplę roztworu *p*-nitrofenolu oraz 20 ml wody, zobojętnić za pomocą roztworu kwasu azotowego, dodać 2 ml tego kwasu w nadmiarze, gotować 3 min, ostudzić powtórnie i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3 z tym, że przed dodaniem roztworu azotanu srebra nie należy już do badanej próbki dodawać kwasu azotowego; końcowa objętość porównywalnych roztworów powinna wynosić 50 ml.

Do oznaczania należy stosować cylindry kolorymetryczne pojemności 50 ml, zaś zmętnienie próbek obserwować na ciemnym tle patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Cl^-

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości związków siarki (SO_4^{2-})

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz brom, roztwór nasycony i *p*-nitrofenol, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.28.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Z roztworu A pobrać pipetą 25 ml i przenieść do zlewki pojemności 100 ml. Jeżeli roztwór nie jest klarowny należy go najpierw przesączyć przez sączek średniej gęstości wymyty gorącą wodą i pierwszą część przesączu odrzucić.

Do badanego roztworu w zlewce dodać około 0,5 ml roztworu bromu, wygotować do objętości około 5 ml, ostudzić, dodać 1 kroplę roztworu *p*-nitrofenolu oraz 20 ml wody, zobojętnić kwasem solnym, dodać 0,5 ml 25% (m/m) roztworu kwasu solnego w nadmiarze, gotować 3 min, ostudzić powtórnie i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3 z tym, że przed dodaniem roztworu chlorku barowego nie należy już do badanej próbki dodawać kwasu solnego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,125 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} .

5.4.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory — PN-81/C-04521/03 p. 4 oraz kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Do tygla z osadem otrzymanym wg 5.4.5 (pozostałość B) dodać 2 ml 25% (m/m) roztworu kwasu solnego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej do rozpuszczenia się barwnej pozostałości, dodać 2-3 krople nadtlenu wodoru i odparować na łaźni do sucha. Do suchej pozostałości dodać 5 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, ogrzewać do rozpuszczenia się osadu, rozcieńczyć za pomocą około 10 ml gorącej wody i ostudzić. Roztwór przenieść ilościowo z tygla do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B₁).

Roztwór B₁ należy zachować do oznaczania zawartości metali ciężkich wg 5.4.9.

Jeżeli roztwór B₁ nie jest klarowny należy go przesączyć przez ilościowy sączek średniej gęstości do suchego naczynia, odrzucając pierwszą część przesączu.

Z klarownego roztworu B₁ (lub z otrzymanego przesączu) pobrać pipetą 10 ml, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 ml i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 6 w sposób wg p. 9 z tą różnicą, że do badanej próbki nie należy już dodawać roztworu nadtlenku wodoru ani jej gotować, a objętość roztworu kwasu solnego wprowadzanego do kolby przed dodaniem roztworu tiocyjanianu amonowego należy zwiększyć do 1 ml.

Badany węglan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego nie jest wyższa od absorbancji roztworu porównawczego zawierającego:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Fe³⁺,
dla odczynnika cz. — 0,025 mg Fe³⁺.

5.4.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Z klarownego roztworu B₁ (lub z otrzymanego przesączu) pobrać pipetą 10 ml, przenieść do cylindra kolorymetrycznego, dodać 10 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4 z tą różnicą, że nie należy zubożać badanej próbki przed dodaniem roztworu winianu potasowo-sodowego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:
dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb²⁺,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb²⁺.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe wymagań i wyniki końcowe oznaczeń należy porównać stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię produktu można uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki węglanu amonowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom wg rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca zobowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym między innymi należy podać wyniki przeprowadzonych oznaczeń.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę Zakłady Azotowe im. Pawła Findera w Chorzowie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-123

- a) dostosowano opisy oznaczeń do wymagań aktualnie obowiązujących norm czynnościowych,
- b) zrezygnowano z oznaczania zawartości substancji organicznych pochodzenia smołowego.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną
- PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego
- PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-81/O-79781 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Torby z folii polietylenowej zgrzewane

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-73/6419-02 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu „POCH” do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz.TiZK z 1968 r. nr 4 poz. 10) z późniejszymi zmianami

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i Mon. Pol. nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych — załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej RIV (Dz.TiZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.)

4. Normy zagraniczne

NRD TGL 28898 — 1973 Labor- und Feinchemikalien. Ammoniumcarbonat

ZSRR ГОСТ 3770 — 75 Реактивы. Аммоний углекислый

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

6. Autorzy projektu normy — inż. Jerzy Szaton, inż. Aleksandra Wartak-Iżycka.