

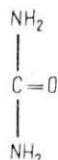
| | | |
|------------------------------------|-----------------------|--------------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA | BN-75 |
| | Odczynniki Mocznik | 6193-72 |
| | | Zamiast BN-65/6191-41 |
| | | Grupa katalogowa X 52 |

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest mocznik stosowany jako odczynnik chemiczny.

Mocznik ma:

- a) wzór sumaryczny - $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$
- b) wzór strukturalny



- c) masę cząsteczkową - 60,059 (1963),
- d) nazwę chemiczną - dwuamid kwasu węglowego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki mocznika oznaczone:

- cz.d.a. - czysty do analizy,
- cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia mocznika czystego do analizy:

MOCZNIK ODCZYNNIK cz.d.a. BN-75/6193-72

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 4 listopada 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1976 poz. 2)

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Mocznik powinien mieć postać drobnych bezbarwnych kryształów łatwo rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne - wg tablicy.

| Wymagania | Gatunki | |
|--|---------|---------|
| | cz.d.a. | cz. |
| a) Wody, %, najwyżej | 0,1 | 0,3 |
| b) Temperatury topnienia, °C | 132÷133 | 131÷133 |
| c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej | 0,01 | 0,02 |
| d) Substancji nierozpuszczalnych w alkoholu, %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| e) Biuretu, %, najwyżej | 0,3 | 0,6 |
| f) Popiołu, %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| g) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| h) Chlorków (Cl^-), %, najwyżej | 0,003 | 0,01 |
| i) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej | 0,001 | 0,002 |
| j) Metali ciężkich w przeliczeniu na ołów, (Pb^{2+}), %, najwyżej | 0,0005 | 0,001 |

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Mocznik należy pakować po 25 kg do worków polietylenowych wg BN-70/6414-06, które następnie należy umieścić w 5-warstwowych workach papierowych z jedną warstwą powlekaną polietylenem zgodnie z PN-70/P-79005.

Sposób zamykania i wymiary powinny być zgodne z PN-68/0-79027.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowań, uzgodniony między dostawcą i odbiorcą, zabezpieczający jakość produktu w stopniu nie mniejszym niż podano i o wymiarach zgodnych z PN-64/0-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak firmowy producenta,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii,
- d) masę brutto i netto.

Konfekcjonowanie produktu w drobne opakowania przeprowadza dystrybutor mocznika.

Mocznik przeznaczony do konfekcjonowania należy pakować po 100, 250, 500 lub 1000 g do słoików ze szkła oranżowego zamykanych nakrętką z podkładką polietylenową.

Opakowanie i znakowanie konfekcjonowanego mocznika powinno być zgodne z PN-70/C-80001.

4.2. Przechowywanie. Mocznik należy przechowywać wg PN-70/C-80001 p.5 w pomieszczeniach suchych oraz chronić przed zawilgoceniem.

4.3. Transport. Mocznik należy transportować wg PN-70/C-80001 p.6 krytymi środkami transportowymi. Ułożenie i zabezpieczenie ładunku powinno odpowiadać Przepisom o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek produktu w workach należy wykonać zgodnie z PN-67/C-04500. Próbki pierwotne należy pobierać z każdego opakowania w partii.

Pobieranie próbek produktu konfekcjonowanego należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80047.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1000 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać zgodnie z PN-65/C-04086 p.2.6.2 metodą bezpośrednią po wprowadzeniu następujących zmian: do kolby wlać 50 cm³ odwodnionego alkoholu metylowego i miareczkować do punktu końcowego. Zużyta ilość odczynnika nie wchodzi do obliczeń. Następnie umieścić w kolbie około 10 g mocznika odważonego z dokładnością do 0,002 g. Po rozpuszczeniu się mocznika badany roztwór miareczkować odczynnikiem Fischera do punktu końcowego.

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{N \cdot V \cdot 100}{1000 m} = \frac{N \cdot V}{10 m} \quad (1)$$

w którym:

N - miano odczynnika Fischera wg PN-65/C-04086 p.2.5.8,

V - objętość odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania badanego produktu, cm³,

m - odważka próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,005%.

5.2.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN/C-04513. Dopuszcza się stosowanie innych aparatów do oznaczania temperatury topnienia, dających taką samą dokładność pomiaru.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-54/C-04517, biorąc do oznaczania 50 g mocznika odważonego z dokładnością do 0,001 g. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,005%.

5.2.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu. 20 g badanego mocznika odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 100 cm³ gorącego alkoholu etylowego. Roztwór przesączyć przez szklany tygiel G1, wysuszony uprzednio do stałej masy i odważony z dokładnością do 0,1 g. Osad przemyć dwukrotnie gorącym alkoholem etylowym, po czym tygiel z zawartością suszyć do stałej masy w temperaturze 105±5°C, ochłodzić w ekzykatorze i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w alkoholu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_1 - masa pozostałości po wysuszeniu, g

m - odważka mocznika, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,002%.

5.2.5. Oznaczanie zawartości biuretu

5.2.5.1. Przyrządy i aparaty

a) Spektrofotometr lub fotokolorymetr z filtrem o długości fali 530 nm.

b) Kuwety szklane o grubości 5 cm.

5.2.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy biuretu, cz.: biuret wysuszyć w temperaturze 105°C przez 3 godz, a po ochłodzeniu w ekzykatorze odważyć 1 g z dokładnością do 0,0002 g. Biuret przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,01 g biuretu.

b) Siarczan glinowy $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ cz., roztwór: 20 g siarczanu glinowego rozpuścić w 1 cm^3 wody destylowanej.

c) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 0,2 N.

d) Związek kompleksowy winianowo-miedziowy, roztwór: do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 wlać 400 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, dodać 40 g winianu sodowo-potasowego ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a. oraz 10 g siarczanu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Po rozpuszczeniu dopełnić kolbę do kreski roztworem wodorotlenku sodowego. Roztwór przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

5.2.5.3. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć mikrobiuretą 0; 1; 3; 5; 7; 10 cm^3 roztworu wzorcowego biuretu. Następnie do każdej kolby dodać z biurety z ciemnego szkła po 40 cm^3 związku kompleksowego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dobrze wymieszać. Pozostawić na 20 min w temperaturze pokojowej, a potem zmierzyć absorbancję każdego roztworu w stosunku do próby zerowej przy długości fali 530 nm w kuwecie o grubości warstwy $l = 5 \text{ cm}$. Dla każdego punktu krzywej wzorcowej wykonać co najmniej trzy pomiary z nowych roztworów wzorcowych i jako wynik końcowy przyjąć średnią arytmetyczną tych pomiarów.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą zależności stężenia biuretu, podanego w mg na 100 cm^3 roztworu, od absorbancji.

5.2.5.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g próbki dla gatunku I lub 5 g dla gatunku II z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 20 cm^3 wody destylowanej w zlewce pojemności 100 cm^3 . Do roztworu dodać w kolejności: $0,2 \text{ cm}^3$ roztworu siarczanu glinowego, $0,2 \text{ cm}^3$ roztworu wodorotlenku sodowego i po każdym dodaniu dobrze zamieszać.

Roztwór przesączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 . Sączek na lejku przemywać ciepłą wodą tak długo, aż objętość roztworu w kolbie wyniesie około 50 cm^3 . Po ochłodzeniu dodać z biurety z ciemnego szkła 40 cm^3 związku kompleksowego i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Wymieszać i pozostawić na 20 min w temperaturze pokojowej. Równocześnie przygotować próbę zerową w ten sam sposób, jak przygotowano próbę do oznaczania, nie dodając jednak mocznika. Następnie zmierzyć absorbancję w takich samych warunkach, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Na podstawie otrzymanej absorbancji odczytać stężenie w mg na 100 cm^3 roztworu z krzywej wzorcowej.

Procentową zawartość biuretu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{C \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

C - stężenie odczytane z krzywej wzorcowej, mg,

m - odważka próbki, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,05%.

5.2.6. Oznaczanie zawartości popiołu. W tyglu pojemności 50 cm³, uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, odważyć 25 g mocznika z dokładnością do 0,01 g. Ogrzewać małym płomieniem w celu rozłożenia mocznika. Po otrzymaniu niewielkiej pozostałości, tygiel przenieść do pieca muflowego i prażyć w temperaturze 800°C do stałej masy.

Zawartość popiołu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

m_1 - masa pozostałości po wyprażeniu, g,

m - odważka próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,005%.

5.2.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}) - należy wykonać wg PN-68/C-04519 metodą A p.2.4.3, stosując odważkę 5 g. Roztwór wzorcowy siarczanów przygotowany wg PN-68/C-06500 należy rozcieńczyć w stosunku 1÷9. 1 cm³ roztworu zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} . Do roztworu porównawczego należy dodać dla mocznika cz.d.a. 0,25 mg SO_4^{2-} , a dla mocznika cz. - 0,5 mg SO_4^{2-} .

5.2.8. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04518 (metoda A).

Roztwór badany przygotować w następujący sposób: 2 g badanego mocznika, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 25 cm³ wody, a w razie potrzeby przesączyć. Do roztworów porównawczych dodać dla mocznika cz.d.a. 0,06 mg Cl^- , dla mocznika cz. - 0,10 mg Cl^- .

5.2.9. Oznaczanie zawartości żelaza

5.2.9.1. Zasada oznaczania, polega na tworzeniu się soli zespolonej o czerwonej barwie przez działanie na sole żelazawe 2,2 -dwupirydylem i na oznaczaniu kolorymetrycznym za pomocą fotokolorymetru.

5.2.9.2. Przyrządy i aparaty

- a) Fotokolorymetr z filtrem zielonym S53 o długości fali 530 nm.
- b) Stabilizator prądu.
- c) Kuwety o grubości warstwy 1 cm.

5.2.9.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) roztwór 1+1.
- b) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a. 10 g chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuścić w 100 cm³ wody.
- c) Octan amonowy cz.d.a. roztwór: 50 g octanu amonowego rozpuścić w 250 cm³ wody.
- d) 2,2'-dwupirydył cz.d.a. roztwór: 1 g 2,2'-dwupirydyłu rozpuścić w 100 cm² alkoholu etylowego.
- e) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 1+1.
- f) Roztwór wzorcowy żelaza (Fe²⁺) należy przygotować wg PN-68/C-06500 p.3.2.1.56 i rozcieńczyć w stosunku 1 + 9. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg żelaza (Fe²⁺).

5.2.9.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej do oznaczania za pomocą fotokolorymetru. Do każdej z sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć biuretą 0,2, 5, 10, 15 i 20 cm³ roztworu wzorcowego żelaza. Do każdej z kolb dodać w następującej kolejności 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego, 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 10 cm³ roztworu octanu amonowego, 0,2 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu, 3,5 cm³ roztworu wody amoniakalnej. Po każdym dodaniu roztworu dobrze zamieszać i ostatecznie dopełnić wodą do kreski. Pozostawić w spokoju na 30 min, a następnie zmierzyć względem ślepej próby na fotokolorymetrze absorbancją każdego z 5 roztworów, do których dodano żelazo. Wyniki pomiarów nanieść na wykres, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji każdego z roztworów, a na osi odciętych stężenia żelaza w miligramach na 100 cm³.

5.2.9.5. Wykonanie oznaczania. W zlewce o pojemności 100 cm³ rozpuścić 10,0 g badanego mocznika w 10 cm³ wody i 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego. Roztwór zagotować i sączyć na gorąco przez sączek ilościowy twardy do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Sączek przeemyć ciepłą wodą tak, aby objętość przesączu była mniejsza niż 80 cm³. Roztwór ostudzić, a następnie dodawać w następującej kolejności: 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 10 cm³ roztworu octanu amonowego, 0,2 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu, 3,5 cm³ roztworu wody amoniakalnej.

Po każdym dodaniu dobrze zamieszać, a następnie rozcieńczyć do

kreski. Pozostawić w spokoju na 30 min. Równocześnie wykonać w ten sam sposób ślepią próbę, bez dodania próbki mocznika. Zmierzyć ekstynkcję roztworu próbki względem ślepej próby na fotokolorymetrze przy długości fali 530 nm.

Zawartość żelaza w badanym moczniku (X_s) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_s = \frac{C \cdot 100}{1000 \cdot m} = \frac{C}{10 m} \quad (5)$$

w którym:

C - stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, mg/100 cm³,
 m - odważka mocznika, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,0005%.

5.2.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich w przeliczeniu na ołów (Pb²⁺) - wykonać wg PN-68/C-04515 p.2.5.1. Oznaczanie należy wykonać bezpośrednio z 5 g odważki mocznika rozpuszczonej w 20 ÷ 30 cm³ wody destylowanej.

Do roztworu porównawczego należy dodać dla mocznika cz.d.a. 0,025 mg Pb²⁺, a dla mocznika cz. - 0,050 mg Pb²⁺.

5.3. Interpretacja wyników. Wyniki oraz wartości liczbowe występujące w normie należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p.3.3.2 (metoda Z).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Azotowe KĘDZIERZYN.
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-41. Uaktualniono normy związane, zasady pakowania, przechowywania i transportu oraz metody analityczne.
3. Normy i dokumenty związane
 PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera
 PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

- PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nie rozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie zawartości siarczanów w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-06500 Odczynniki. Przygotowywanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowywania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
- PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
- BN-70/6414-06 Opakowania z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik 10 DKP (Dz.T. i ZK z 1968 r. nr 4 poz.10 wraz z późniejszymi zmianami).