

PRODUKTY ORGANICZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-72
	Mocznik techniczny krystaliczny	6026-55
		Zamiast PN-62/C-88029
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest mocznik techniczny krystaliczny, otrzymywany syntetycznie z amoniaku i dwutlenku węgla pod ciśnieniem w podwyższonej temperaturze.

Mocznik ma:

a) wzór sumaryczny $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$,



b) wzór strukturalny $\text{O} = \text{O}$



c) masę cząsteczkową 60,056 (1961 r.).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Mocznik techniczny krystaliczny stosuje się głównie do produkcji tworzyw sztucznych oraz w przemyśle farmaceutycznym i chemicznym.

1.3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-76/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

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

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

¹⁾ Symbol wg SWW: 1241-577.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości azotu oraz zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki mocznika technicznego krystalicznego oznaczone cyframi rzymskimi: I i II.

2.2. Przykład oznaczenia mocznika technicznego krystalicznego gatunku I:

MOCZNIK TECHNICZNY KRYSZALICZNY I
BN-72/6026-55

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Mocznik techniczny krystaliczny powinien mieć postać drobnych kryształów łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	I	II
a) Azotu w przeliczeniu na suchą substancję, %, najmniej	46,3	46
b) Temperatura topnienia, °C, co najmniej	131,0	129,5
c) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,01	0,02
d) Biuretu, %, najwyżej	0,7	1,5
e) Alkaliczność (NH_3), %, najwyżej	0,008	0,04
f) Żelaza (Fe^{2+}), %, najwyżej	0,001	0,01
g) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,03	0,1
h) Wody, %, najwyżej	0,5	1,0
i) Popiołu, %, najwyżej	0,02	0,1
k) pH 10-procentowego roztworu mocznika	7 ÷ 8,5	7 ÷ 8,5
l) Barwa 10-procentowego roztworu mocznika, stopnie w skali Pt-Co, najwyżej	50	nie oznacza się

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia „Petrochemia” dnia 20 października 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 1/1973 poz. 2)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE

I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Mocznik techniczny należy pakować po 50 kg do worków polietylenowych zamkniętych przez zgrzewanie wg PN-77/6414-06 lub do worków papierowych OS3 + 2AS lub OS4 + 1PET zgodnych z PN-76/P-79005 i o wymiarach zgodnych z PN-68/O-79027.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis wykonany wg PN-76/O-79252 zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę netto.

Datę wysyłki należy podać w atęście dołączonym do każdej partii produktu.

4.2. Przechowywanie. Ze względu na higroskopijność, mocznik należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i chronić przed zawilgoceniem. Worki należy układać najwyżej w sześciu warstwach.

4.3. Transport. Mocznik należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportu i chronić przed zawilgoceniem. Wystające części konstrukcyjne środka transportowego, jak śruby, haki, należy zabezpieczyć albo usunąć tak, aby nie spowodowały uszkodzenia opakowania. Worki należy układać płasko, ściśle obok siebie, na całej powierzchni środka przewozowego, a ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym lub w inny sposób tak, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem się i wzajemnym uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

Tablica 2

Rodzaje badań	Grupy badań	
	pełne	niepełne
a) Oznaczanie zawartości azotu	+	+
b) Oznaczanie temperatury topnienia	+	+
c) Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})	+	+
d) Oznaczanie zawartości biuretu	+	+
e) Oznaczanie alkaliczności (NH_3)	+	+
f) Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{2+})	+	+
g) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie	+	+
h) Oznaczanie zawartości wody	+	+
i) Oznaczanie zawartości popiołu	+	+

cd. tabl. 2

Rodzaje badań	Grupy badań	
	pełne	niepełne
j) Oznaczanie pH 10-procentowego roztworu mocznika	+	
k) Oznaczanie barwy 10-procentowego roztworu mocznika	+	

Znak + oznacza obowiązek wykonania oznaczania.
Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii produktu.
Badania pełne wykonuje się na życzenie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 40 t mocznika technicznego krystalicznego jednego gatunku i przeznaczonego dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek należy wykonać wg PN-67/C-04500. Z każdej partii pobrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań podaną w tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii sztuk	Liczba opakowań przeznaczonych do pobierania próbek, sztuk
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
ponad 251	16

Próbki z wylosowanych worków należy pobierać zgłębnikiem wg PN-74/C-60008. Z każdego worka należy pobrać po 2 próbki pierwotne, każda o masie 100 g. Pobrane próbki należy zsypać do czystego naczynia, dobrze wymieszać i pobrać średnią próbkę laboratoryjną w ilości co najmniej 2000 g. Jeżeli masa próbek pierwotnych jest mniejsza niż 2000 g należy odpowiednio zwiększyć ich ilość. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczają się do wykonywania analizy, a druga stanowi próbkę rozjemczą, którą należy przechowywać w ciągu 1 miesiąca.

Dopuszcza się u producenta pobieranie próbek wprost z taśmy, przy czym częstotliwość pobierania powinna wynosić 0,5 kg co 30 min.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości azotu w przeliczeniu na suchą substancję

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień metylowa cz.d.a., roztwór 0,2-procentowy.

b) Formalina techniczna, roztwór 20-procentowy zobojętniony 1N roztworem wodorotlenku sodowego.

c) Kwas siarkowy cz. (1,84) i roztwór 0,5N.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 5N i 1N.

e) Wskaźnik mieszany: 0,5 g fenoloftaleiny i 0,5 g tymoftaleiny rozpuścić w 100 cm³ 96-procentowego roztworu etanolu.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego mocznika odważyć z dokładnością do 0,0002 g i przenieść ilościowo do kolby Kjeldahla pojemności 250 cm³, splukując szyjkę 20 cm³ wody. Dodać 3 cm³ stężonego kwasu siarkowego. Kolbę ustawić skośnie na siatce azbestowej. Zawartość kolby ogrzewać ostrożnie aż do zaprzestania burzliwego wydzielania się dwutlenku węgla i ukazania się białych dymów. Kolbę odstawić i ochłodzić. Zawartość kolby przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 1 ÷ 2 kropli roztworu czerwieni metylowej i nadmiar kwasu siarkowego zobojętnić 5N roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia różowego na żółte. Następnie dodawać kroplami 0,5N roztwór kwasu siarkowego do ukazania się różowego zabarwienia. Do tak zobojętnionego roztworu dodać 40 cm³ roztworu formaliny, 5 kropli roztworu wskaźnika mieszanego i po upływie 2 min miareczkować 1N roztworem wodorotlenku sodowego do ukazania się różowofioletowego zabarwienia, nie znikającego w ciągu 1 min. Roztwór po dodaniu formaliny ma barwę różową, która podczas miareczkowania przechodzi początkowo w żółtą, a następnie w różowofioletową, co wskazuje na koniec miareczkowania.

Zawartość azotu w przeliczeniu na suchą substancję (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,014 \cdot 100 \cdot 100}{m (100 - X_3)} = \frac{V \cdot 140}{m (100 - X_3)} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 1N roztworu wodorotlenku sodowego, zużytego do miareczkowania, cm³,

0,014 — ilość azotu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m — odważka próbki, g,

X_3 — zawartość wody, oznaczona wg 5.4.8, %.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,1%.

5.4.2. Oznaczanie temperatury topnienia. Próbkę mocznika wysuszonego w temperaturze 65 ÷ 70°C w ciągu 2 h i ochłodzoną w temperaturze

otoczenia utrzyć w moździerz, napełnić nią kapilarę o średnicy 0,8 ÷ 1 mm i długości 40 ÷ 50 mm na wysokość 2 ÷ 3 mm. Napełnioną kapilarę przymocować za pomocą pierścienia gumowego do termometru i umieścić w aparacie Thielego napełnionym gliceryną destylowaną. Aparat ogrzewać płomieniem gazowym, początkowo do 80°C intensywnie, do 110°C wolniej tak, aby temperatura wzrastała o 10°C w ciągu 1 min. Od 125°C ogrzewać ostrożnie tak, żeby temperatura wzrastała o 0,5°C w ciągu 1 min.

Za temperaturę topnienia należy przyjąć temperaturę, w której zaczyna pojawiać się faza ciekła.

Dopuszcza się stosowanie innych aparatów do oznaczania temperatury topnienia, dających taką samą dokładność pomiaru.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,5°C.

5.4.3. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy; jeśli zachodzi konieczność, roztwór chlorku barowego przesączyć po 24 h przez przemyty, twardy, bezpopiołowy sączek.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwory 0,1N i 25-procentowy.

c) Wzorcowy roztwór siarczanów: przygotować wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.42 i rozcieńczyć wodą w stosunku 1 : 9. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 10 g mocznika odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 20 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ podgrzewając do temperatury 40 ÷ 80°C. Następnie do roztworu należy dodać tyle 0,1N roztworu kwasu solnego, ile wynika z oznaczania alkaliczności wg 5.4.5 (10-krotnie mniej ze względu na masę próbki), przesączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Do cylindra Nesslera pobrać 10 cm³ tego roztworu i uzupełnić wodą do 40 cm³. Równocześnie przygotować roztwory porównawcze. Do dwóch cylindrów Nesslera pobrać pipetą, w zależności od gatunku, następujące ilości roztworów wzorcowych siarczanów: dla gatunku I — 1,0 cm³ (0,1 mg SO_4^{2-}), dla gatunku II — 2,0 cm³ (0,2 mg SO_4^{2-}) i uzupełnić wodą do objętości 40 cm³.

Do cylindra z roztworem badanej próbki oraz do cylindrów z roztworami porównawczymi dodać 1 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego, a następnie po 3 cm³ roztworu chlorku barowego, po czym roztwory dobrze wymieszać. Zmętnienie

porównywać po 15 min na ciemnym tle patrząc z boku.

Badany mocznik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie roztworu próbki nie jest silniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie.

5.4.4. Oznaczanie zawartości biuretu

5.4.4.1. Przyrządy i aparaty

- Spektrofotometr lub fotokolorymetr z filtrem o długości fali 530 nm.
- Kuwety szklane o grubości 5 cm.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy biuretu, cz.: biuret wysuszyć w temperaturze 105°C przez 3 h, a po ochłodzeniu w eksykatorze 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 [Al₂(SO₄)₃ · 18H₂O] cz., roztwór: 20 g siarczanu glinowego rozpuścić w 1 cm³ wody destylowanej.

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

d) Związek kompleksowy winianowo-miedziowy, roztwór: do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ wlać 400 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, dodać 40 g winianu sodowo-potasowego (C₄H₄O₆KNa · 4H₂O) cz.d.a. oraz 10 g siarczanu miedziowego (CuSO₄ · 5H₂O). Po rozpuszczeniu dopełnić kolbę do kreski roztworem wodorotlenku sodowego. Roztwór przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

5.4.4.3. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć mikrobiuretą 0; 1; 3; 5; 7; 10 cm³ roztworu wzorcowego biuretu. Następnie do każdej kolby dodać z biurety z ciemnego szkła po 40 cm³ związku kompleksowego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dobrze wymieszać. Pozostawić na 20 min w temperaturze pokojowej, a potem zmierzyć absorpcję każdego roztworu w stosunku do próby zerowej przy długości fali 530 nm w kuwecie o grubości warstwy l = 5 cm. Dla każdego punktu krzywej wzorcowej wykonać co najmniej trzy pomiary z nowych roztworów wzorcowych i jako wynik końcowy przyjąć średnią arytmetyczną z tych pomiarów.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreslić krzywą zależności stężenia biuretu, podanego w mg na 100 cm³ roztworu, od absorpcji.

5.4.4.4. 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 cm³ wody destylowanej w zlewce pojemności 100 cm³. Do roztworu dodać w kolejności: 0,2 cm³ roztworu

siarczanu glinowego, 0,2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i po każdym dodaniu dobrze zamieszać. Roztwór przesączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Sączek na lejku przemywać ciepłą wodą tak długo, aż objętość roztworu w kolbie wyniesie około 50 cm³. Po ochłodzeniu dodać z biurety z ciemnego szkła 40 cm³ 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 próby do oznaczania, nie dodając jednak mocznika. Następnie zmierzyć absorpcję w takich samych warunkach, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Na podstawie otrzymanej absorpcji odczytać stężenie w mg na 100 cm³ roztworu z krzywej wzorcowej.

Procentową zawartość biuretu (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

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

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%.

5.4.5. Oznaczanie alkaliczności (NH₃)

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny, cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Wodorotlenek sodowy, cz.d.a., roztwór 0,01N.
- Woda destylowana obojętna: do 500 cm³ wody destylowanej dodać kilka kropli wskaźnika mieszanego. Jeśli zachodzi konieczność, zobojętnić za pomocą roztworu wodorotlenku sodowego lub kwasu solnego.

d) Wskaźnik mieszany: 50 cm³ 0,2-procentowego roztworu alkoholowego czerwieni metylowej zmieszać z 50 cm³ 0,1-procentowego roztworu alkoholowego błękitu metylowego.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 100 g badanego mocznika, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 350 cm³ wody (jeśli zachodzi konieczność — przesączyć), dodać 1 ÷ 2 kropli wskaźnika mieszanego i miareczkować roztworem kwasu solnego do zmiany barwy z zielonej na fioletowo-różową.

Alkaliczność w przeliczeniu na amoniak (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0017 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,0017 — ilość amoniaku odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu kwasu solnego, g,
m — odważka próbki, g.

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

5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe²⁺)

5.4.6.1. Zasada oznaczania polega na tworzeniu się soli zespolonych o barwie czerwonej przez działanie na sole żelaza 2,2'-dwupirydylem i na spektrofotometrycznym lub fotokolorymetrycznym pomiarze absorpcji utworzonego kompleksu oraz odczytaniu stężenia żelaza z krzywej wzorcowej.

5.4.6.2. Przyrządy i aparaty

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

b) Kuwety szklane o grubości warstwy $l = 5$ cm.

5.4.6.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.

b) 2,2'-dwupirydył cz.d.a. roztwór 1-procentowy. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odważyć 1,0 g 2,2'-dwupirydyłu, dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego po czym dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

c) Kwas solny cz.d.a. roztwór 1N,

d) Kwaśny siarczan potasowy cz.d.a.

e) Octan amonowy cz.d.a. roztwór 30-procentowy.

f) Roztwór wzorcowy żelaza (Fe²⁺) należy przygotować wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.56 i rozcieńczyć w stosunku 1:99.

1 cm³ tego roztworu zawiera 0,01 mg Fe²⁺.

5.4.6.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 7 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyc z mikrobiurety kolejno następujące ilości roztworu wzorcowego żelaza 0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10 cm³ co odpowiada 0; 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,10 mg żelaza. Następnie do każdej kolby dodać kolejno: 5 cm³ roztworu kwasu solnego, 5 cm³ roztworu octanu amonowego i 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy a po 5 min 1 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Następnie zmierzyć absorpcję otrzymanych roztworów względem próby zerowej przy długości fali 530 nm w kuwecie o grubości warstwy $l = 5$ cm.

Dla każdego punktu krzywej wykonać co najmniej trzy pomiary z trzech odrębnych próbek roztworu wzorcowego żelaza i jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną z tych pomiarów. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową zależności absorpcji od stężenia żelaza w mg na 100 cm³ roztworu. Krzywą wzorcową należy sprawdzać co 3 miesiące.

5.4.6.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g mocznika z dokładnością 0,01 g, wyprażyć w tyglu platynowym lub kwarcowym w sposób podany w 5.4.9, po czym dodać 1 g kwaśnego siarczanu potasowego i ogrzewać do całkowitego stopienia. Utrzymywać w stanie stopionym w ciągu 10 min, a następnie ochłodzić. Dodać małą ilość wody zakwaszonej 2 cm³ roztworu kwasu solnego, ogrzewać aż do rozpuszczenia stopu, a następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Z tak przygotowanego roztworu pobrać pipetą do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ taką objętość roztworu, aby ilość zawartego w nim żelaza wynosiła $0,01 \div 0,1$ mg.

Następnie dodać kolejno 5 cm³ roztworu kwasu solnego, 5 cm³ roztworu octanu amonowego i 2 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, a po 5 min 1 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Jeśli ilość żelaza jest bardzo mała, należy bezpośrednio po stopieniu zadać stop 5 cm³ roztworem kwasu solnego i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, po czym dodać kolejno pozostałe odczynniki jak podano poprzednio i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Pomiar absorpcji wykonać w takich samych warunkach jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Stężenie żelaza w mg na 100 cm³ roztworu odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość żelaza (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

C — ilość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki, g,

V — objętość roztworu badanego pobrana do oznaczania z objętości 100 cm³, cm³.

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

5.4.7. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie wykonać wg PN-54/C-04517, biorąc do oznaczania 50 g mocznika odważonego z dokładnością do 0,01 g.

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

5.4.8. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać wg PN-76/C-04959 p. 2.6.2 bezpośrednią metodą po wprowadzeniu następujących zmian: do kolby wlać 50 cm³ odwodnionego alkoholu metylowego i miareczkować do punktu końcowego; zużytej ilości odczynnika nie uwzględnia się w obliczeniach; następnie, zależnie od zawartości wody umieścić w kolbie 2 ÷ 3 g mocznika. odwa-

zonego z dokładnością do 0,002 g, po rozpuszczeniu się mocznika badany roztwór miareczkować odczynnikami Fischera do punktu końcowego.

Zawartość wody (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{T \cdot V}{10 m} \quad (5)$$

w którym:

T — miano odczynnika Fischera wg PN-76/C-04959 p. 2.5.8,

V — objętość odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania badanego produktu, cm^3 ,

m — odważka próbki, g.

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

5.4.9. Oznaczenie zawartości popiołu. W tyglu pojemności 50 cm^3 , 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_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (6)$$

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%.

5.4.10. Oznaczenie pH 10-procentowego roztworu mocznika. 10 g mocznika odważyć z dokładnością do 0,1 g i umieścić w zlewce pojemności 150 cm^3 , do której odmierzone uprzednio 90 cm^3 wody destylowanej nie zawierającej CO_2 , wymieszać i zmierzyć pH otrzymanego roztworu w temperaturze $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ za pomocą pehametru w układzie elektrod szklana—kalomelowa.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,2.

5.4.11. Oznaczenie barwy 10-procentowego roztworu mocznika. Odważyć 40 g mocznika z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w 160 cm^3 wody, a następnie przesączyć przez twardy sączek. Oznaczenie wykonać wg BN-71/6020-02 p. 2.5.1 pobierając do badania 50 cm^3 tego roztworu.

5.5. Zaświadczenie o wynikach badań. Producent obowiązany jest do każdej partii produktu dołączyć atest stwierdzający zgodność wymagań z wynikami badań wg 5.4.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1) Istotne zmiany w stosunku do PN-62/C-88029

- wprowadzono oznaczenie barwy produktu,
- zaostrzono dla gatunku I wymagania dotyczące zawartości biuretu, żelaza, wody i odczynu, a dla gatunku II — zawartości biuretu i odczynu,
- uaktualniono normy związane.

Dotychczas obowiązująca PN-62/C-88029 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1973 r.

2) Odpowiedniki w normach zagranicznych

Bulgaria BDS	1378—68
CSRS ČSN	661788—1958
Irlandia I.S.	1781—1961
NRD TGL	6726—1960
ZSRR ГОСТ	2081—63
MNOSZ	8790—1966

3. Uwagi do wydania II

Uaktualniono normy związane.