

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANZOWA	BN-76
	Chlorek amonowy techniczny (salmiak)	6016-50
		Grupa katalogowa X 14

1 WSTĘP

11 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest chlorek amonowy techniczny (salmiak) otrzymywany przy produkcji sody amoniakalnej, którego głównym składnikiem jest związek chemiczny o wzorze NH_4Cl

12 Zakres stosowania przedmiotu normy Chlorek amonowy techniczny jest stosowany w przemyśle metalurgicznym, garbarskim, ogniw galwanicznych suchych, preparatów medycznych itp

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

21 Gatunki W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku amonowego technicznego oznaczane cyframi rzymskimi I i II

22 Przykład oznaczenia chlorku amonowego technicznego gatunku I

CHLOREK AMONOWY TECHNICZNY I BN-76/6016-50
SWW-1222-723

3 WYMAGANIA

Wymagania fizykochemiczne — wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Postać	proszek krystaliczny	proszek krystaliczny
b) Barwa	biała	dopuszcza się odcień żółtawy lub szary
c) Sprawdzenie tożsamości	wg 5 4 2	wg 5 4 2
d) Chlorku amonowego (NH_4Cl) w przeliczeniu na suchą substancję, %, najmniej	99,5	99,0
e) Wody, %, nie więcej niż	0,1	0,2
f) Chlorku sodowego (NaCl), %, w przeliczeniu na suchą substancję, nie więcej niż	0,2	0,5

cd tabl 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, w przeliczeniu na suchą substancję, nie więcej niż	0,001	0,002
h) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na suchą substancję, nie więcej niż	0,1	0,1
i) Siarczanów jako CaSO_4 , %, w przeliczeniu na suchą substancję, nie więcej niż	0,2	0,4
j) Metali ciężkich grupy siarkowodorowej w przeliczeniu na suchą substancję, nie więcej niż	0,003	0,003
k) Arsenu	nie zawiera	nie zawiera

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

41 Pakowanie Chlorek amonowy techniczny należy pakować do worków papierowych pięciowarstwowych z jedną wkładką bitumiczną po 50 i 75 kg zgodnych z PN-70/P-79005 i o wymiarach zgodnych z PN-68/O-79027. Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania zgodny z szeregiem wymiarowym opakowań i gwarantujący jakość produktu

Na opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający co najmniej

- nazwę lub znak wytworni,
 - oznaczenie zgodne z 2 2,
 - numer partii,
 - masę brutto i netto,
- oraz napis „Produkt zawiera antyzbrylacz” lub „Produkt nie zawiera antyzbrylacza”

Zgłoszona przez Krakowskie Zakłady Sodowe

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 8 marca 1976 r jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1976 r (Dz Norm i Miar nr 9/1976 poz 30)

4 2 Przechowywanie Chlorek amonowy techniczny należy przechowywać wyłącznie w opakowaniach, w magazynach zabezpieczających produkt przed zawilgoceniem

4 3 Transport Chlorek amonowy techniczny powinien być przewożony środkami transportu zabezpieczającymi go przed zawilgoceniem i uszkodzeniem opakowania. Worki należy układać w pozycji stojącej najwyżej w dwóch warstwach, a w przypadku transportu wagonami kolejowymi należy stosować obowiązujące Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej

5 BADANIA

5 1 Program badań Rodzaje badań podano w tabl 2

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać 2 próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g. Probki należy pobrać probnikiem 14, 15 lub 16 wg PN-74/C-60008 z trzech czwartych głębokości opakowania. Średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g należy przygotować wg PN-67/C-04500. Dopuszcza się pobieranie próbek w czasie pakowania produktu do worków w różnych odstępach czasu, ustalonych w zależności od wielkości partii. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać przez 1 miesiąc

5 4 Opis badań

5 4 1 Sprawdzenie postaci i barwy należy wykonać wzrokowo

Tablica 2

Rodzaje badań	Badania pełne	Badania niepełne	Punkty z opisu badań
a) Sprawdzenie postaci i barwy (3a) i b)	+	+	5 4 1
b) Sprawdzenie tożsamości (3c)	+	+	5 4 2
c) Obliczanie zawartości chlorku amonowego (3d)	+	+	5 4 10
d) Oznaczanie zawartości wody (3e)	+	+	5 4 3
e) Oznaczanie zawartości chlorku sodowego (3f)	+	+	5 4 4 i 5 4 5
f) Oznaczanie zawartości żelaza (3g)	+	+	5 4 6
g) Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3h)	+	+	5 4 7
h) Oznaczanie zawartości siarczanów (3i)	+	+	5 4 8
i) Oznaczanie zawartości metali ciężkich (3j)	+		5 4 9
j) Sprawdzenie nieobecności arsenu (3k)	+		5 4 11

Znak + oznacza obowiązek wykonania badania

Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii

Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy

5 2 Wielkość partii Partię chlorku amonowego technicznego stanowi najwyżej 30 t produktu tego samego gatunku

5 3 Pobieranie próbek Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii liczbę opakowań jednostkowych wg tabl 3

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, z których należy pobrać próbki
do 15	6
16 — 25	9
26 — 63	12
64 — 160	14
161 — 250	15
powyżej 250	16

5 4 2 Sprawdzanie tożsamości

a) 0,1 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 5 cm³ wody, dodać 0,1 cm³ kwasu azotowego (1,15) i 2 cm³ azotanu srebra, wytrąca się biały osad

b) 0,1 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 5 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, wydziela się amoniak

5 4 3 Oznaczanie zawartości wody W wysuszonym naczyniu wagowym odważyć około 5 g badanego chlorku amonowego z dokładnością do 0,001 g i suszyć w suszarce w temperaturze 100 — 105°C do stałej masy

Zawartość wody (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100$$

w którym

m — strata masy po wysuszeniu, g,

m_1 — odważka badanego chlorku amonowego, g

5 4 4 Oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą fotometryczną (metoda arbitrazowa)

5 4 4 1 Zasada metody Wprowadzenie do płomienia palnika próbki chlorku amonowego rozpuszczonego w wodzie powoduje wychylenie galwanometru zależnie od zawartości chlorku sodowego

5 4 4 2 Odczynniki i roztwory Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-68/C-04953 p 2 4d)

5 4 4 3 Wykonanie oznaczania 1 g badanego chlorku amonowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej do objętości 200 cm³ wodą dwukrotnie destylowaną. Pomiar przeprowadzić zgodnie z PN-68/C-04953 p 2 6 Z wykresu odczytać stężenie chlorku sodowego w 100 cm³ roztworu próbki i uwzględniając odważkę obliczyć zawartość chlorku sodowego w badanym chlorku amonowym

5 4 5 Oznaczanie zawartości chlorku sodowego metodą miareczkową

5 4 5 1 Odczynniki i roztwory

- Ałun żelazowo-amonowy cz [FeNH₄(SO₄)₂ 12H₂O]¹, roztwór nasycony
- Azotan srebra cz d a , roztwór 0,1 N
- Kwas azotowy cz d a (1,4), roztwór 1 + 1, wolny od chloru
- Rodanek amonowy cz d a , roztwór 0,1 N

5 4 5 2 Wykonanie oznaczania Do dużego tygla porcelanowego z przykrywką odważyć 5 g badanego chlorku amonowego z dokładnością do 0,0002 g. Przykryty tygiel ogrzewać ostrożnie aż do ulotnienia się chlorku amonowego. Gdy próbka przestanie dymić lub dymić tylko słabo, usunąć przykrywkę i przycić tygiel w temperaturze ciemnoczerwonego żaru (450 — 500°C) do stałej masy

Do ostudzonego tygla dodać 10 cm³ wody destylowanej, ogrzewać przez 10 min na wrzącej łaźni wodnej i zawartość tygla spłukać ilościowo wodą do kolby. Do roztworu, którego objętość powinna wynosić około 100 cm³, dodać 3 do 5 cm³ roztworu kwasu azotowego oraz 5 cm³ roztworu azotanu srebra, skłócić, dodać 2 do 3 cm³ roztworu ałunu żelazowo-amonowego i szybko odmiareczkować nadmiar azotanu srebra roztworem rodanku amonowego

Zawartość chlorku sodowego (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,005845 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,5845}{m}$$

w którym

V₁ — objętość ściśle 0,1 N roztworu azotanu srebra, cm³,

V — objętość ściśle 0,1 N roztworu rodanku amonowego zużytego do zmiareczkowania nadmiaru roztworu azotanu srebra, cm³,

0,005845 — ilość chlorku sodowego odpowiadająca 1 cm³ 0,1 N roztworu azotanu srebra, g,

m — odważka badanego chlorku amonowego, g

5 4 5 3 Wynik Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, różniących się

dla gatunku I — nie więcej niż o 0,02%,

dla gatunku II — nie więcej niż o 0,03%

5 4 6 Oznaczanie zawartości żelaza (X₃) 5 g badanego chlorku amonowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej i wykonać oznaczenie zgodnie z PN-75/C-04521/03

5 4 7 Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5 4 7 1 Wykonanie oznaczania Odważyć 50 g badanego chlorku amonowego z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w 300 cm³ gorącej wody i oznaczenie wykonać zgodnie z PN-54/C-04517

Tygiel z osadem przemywać do zaniku reakcji na jon chlorkowy

5 4 7 2 Wynik Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,02%

5 4 8 Oznaczanie zawartości siarczanów (X₅)

5 4 8 1 Odczynniki i roztwory

- Azotan srebra cz d a , roztwór 1-procentowy
- Chlorek barowy cz d a , roztwór 10-procentowy
- Kwas solny cz (1,19), roztwór rozcieńczony 1+1

5 4 8 2 Wykonanie oznaczania Odważyć 10 g chlorku amonowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej, dodać roztworu kwasu solnego wobec oranżu metyloвого do wystąpienia czerwonego zabarwienia roztworu, ogrzać do wrzenia, dodać 10 cm³ gorącego roztworu chlorku barowego i pozostawić na łaźni wodnej do opadnięcia osadu. Następnie osad sączyć przez twardy sączek i przemywać gorącą wodą aż do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próbka z azotanem srebra). Sączek z osadem przenieść do wyprzonego tygla i osad wyprzążyć w temperaturze 800 — 900°C do stałej masy

Zawartość siarczanów (X₅) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_5 = \frac{m \cdot 0,5832 \cdot 100}{m_1} = \frac{m \cdot 58,3}{m_1}$$

w którym

m — masa wyprzonego osadu, g,

m₁ — odważka badanego chlorku amonowego, g,

0,5832 — masa CaSO₄ odpowiadająca 1 g BaSO₄

5 4 8 3 Wynik Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,02%

5 4 9 Oznaczanie zawartości metali ciężkich (X_6)

5 4 9 1 Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p 2 4

5 4 9 2 Wykonanie oznaczania 5,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p 2 5 1

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie silniejsze niż zabarwienie w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 15 cm³ roztworu wzorcowego ołowiu przygotowanego octanu ołowianego wg PN-68/C-06500, rozcieńczonego w stosunku 1 : 99 0,001 N roztworem kwasu octowego

5 4 10 Obliczanie zawartości chlorku amonowego Zawartość chlorku amonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = 100 - (X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5 + X_6)$$

5 4 11 Sprawdzanie nieobecności arsenu

5 4 11 1 Odczynniki i roztwory Odczynnik Thielego 20 g fosforynu sodowego cz d a (NaH₂PO₂ · H₂O) rozpuścić w 40 cm³ wody, przełożyć do kolby zawierającej 180 cm³ kwasu solnego (1,19) i wymieszać. Roztwór pozostawić do odstania na 24 godz, zlać czysty roztwór z nad osadu chlorku sodowego do butelki z doszlifowanym korkiem

5 4 11 2 Wykonanie oznaczania 0,5 g badanego chlorku amonowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, wsypać do próbki, dodać 5 cm³ odczynnika Thielego i ogrzewać przez 15 min na wrzącej łąznie wodnej

Roztwór powinien pozostać bezbarwny

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Krakowskie Zakłady Sodowe

2 Istotne zmiany w stosunku do PN-65/C-08461

- obniżono zawartość głównego składnika w gatunku I z 99,7 do 99,5% w gatunku II z 99,5 do 99,0%,
- wyeliminowano z normy gatunek III,
- podwyższono zawartość żelaza w gatunku I z 0,0008 do 0,001%,
- podwyższono zawartość chlorku sodowego w gatunku II z 0,3 do 0,5%,
- wprowadzono oznaczenia siarczanów

Dotychczas obowiązująca PN-65/C-08461 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1976 r

3 Normy i dokumenty związane

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

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem

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

PN-75/C-04521/03 Analiza chemiczna Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z użyciem tiocyjanianu amonowego

PN-68/C-04953 Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu potasu wapnia i strontu

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kalometry i nefelometri

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

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

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe Worki papierowe

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

4 Normy zagraniczne

Anglia BS 3448 Specification for ammonium chloride

Bułgaria БДС 5477-64 Аммониев хлорид технически

CSRS CSN 652227 Chlorid amonny technicky

NRD TGL 7749 Ammoniumchlorid

Turecja 771 Amonyum klorur

ZSRR ГОСТ 2210-73 Аммоний хлористый технический

4 BN-76/6016-50 Chlorek amonowy techniczny (salmiak)
1014

zmiana 1
5 1 8 4 r

1 W punkcie 3 1 **Wymagania fizykochemiczne**, w tabl 1 w poz g) Żelaza (Fe^{3+}), %, w przeliczeniu na suchą substancję nie więcej niż, wartości liczbowe zmienia się z 0,001 na 0,002 oraz z 0,002 na 0,003 Pod tablicą 1 dopisuje się W przemyśle fotochemicznym należy stosować chlorek amonowy odczynnikowy wg BN-71/6191-103

2 W INFORMACJACH DODATKOWYCH w punkcie 3 dopisuje się BN-71/6191-103 Odczynniki Chlorek amonowy

(Biuletyn PKNMiJ nr 5/84 poz 36)