

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Odczynniki Chlorek potasowy	6191-127
		Zamiast BN-74/6191-127
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny KCl,
- b) masę molową 74,56 g/mol.

2.2. Przykład oznaczenia chlorku potasowego czystego do analizy:

CHLOREK POTASOWY cz.d.a. BN-89/6191-127

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku potasowego, oznaczone:

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

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek potasowy powinien mieć postać białego krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku potasowego (KCl), % (m/m), nie mniej niż	99,5	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,02
c) pH 5-procentowego roztworu wodnego	5,5	÷ 8,0
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, (m/m), nie więcej niż	0,002	0,005
e) Azotu ogólnego (N), %, (m/m), nie więcej niż	0,001	0,001
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, (m/m), nie więcej niż	0,0002	0,0005
h) Wapnia (Ca^{2+}), %, (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
i) Magnezu (Mg^{2+}), %, (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Sodiu (Na^+), %, (m/m), nie więcej niż	0,2	nie normalizuje się
k) Metali ciężkich (j. Pb^{2+}), %, (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
l) Jodków (J^-), %, (m/m), nie więcej niż	0,002	0,002
ł) Bromków (Br^-), %, (m/m), nie więcej niż	0,005	0,005
m) Baru (Ba^{2+}), %, (m/m), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
 Ustanowiona przez Instytut Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1989 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1990 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Chlorek potasowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, wyłożone podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto: 250, 500 i 1000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, za zgodą odbiorcy, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać, zgodnie z PN-87/C-80001 i PN-76/O-79251. Chlorek potasowy jest odczynnikiem nie zagrażającym bezpieczeństwu.

4.2.3. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy A i odmiany a.

Pojedyncze słoiki w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w jednej warstwie.

Opakowanie transportowe stanowią również worki z folii polietylenowej wg BN-84/6114-06, umieszczone w bębnoch tekturowych.

Masa netto - 30 kg.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowania i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001, umieszczając dodatkowo znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.4.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach 800 X 1200 mm wg PN-88/M-78216.

Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Chlorek potasowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001, w pomieszczeniach suchych o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych, w temperaturze 15 ÷ 30°C; w przechowywaniu układać w 4 warstwach. Okres gwarancji - 2 lata.

4.5. Transport. Chlorek potasowy nie jest materiałem niebezpiecznym, nie podlega przepisom RID/ADR, może być transportowany dowolnym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾. W środku transportowym układać w 3 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości chlorku potasowego (3.2a),
- c) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie pH 5% roztworu wodnego (3.2c),
- e) oznaczanie siarczanów (3.2d),
- f) oznaczanie azotu ogólnego (3.2e),
- g) oznaczanie fosforanów (3.2f),
- h) oznaczanie żelaza (3.2g),
- i) oznaczanie wapnia (3.2h),
- j) oznaczanie magnezu (3.2i),
- k) oznaczanie sodu (3.2j),
- l) oznaczanie metali ciężkich (3.2k),
- ł) oznaczanie jodków (3.2l),
- m) oznaczanie bromków (3.2ł),
- n) oznaczanie baru (3.2m).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, przyjmując:

- a) wielkość partii 500 kg,
- b) liczbę próbek jednostkowych wg PN-88/C-80047 p. 3.2.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, a do oznaczeń metodę absorpcyjnej spektrometrii atomowej - wodę redestylowaną.

Ważenie do stałej masy należy interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki chlorku potasowego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2; rozpuszczalność, reślic wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorku potasowego (KCl).

5.3.3.1. Zasada metody. Zawartość chlorku potasowego oznacza się argentometrycznie za pomocą mianowanego roztworu azotanu srebra.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$.
- b) Chromian potasowy, roztwór 5% (m/m), przygotowany wg PN-81/C-06501 tabl. 9.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,3 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g; rozpuścić w 50 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 250 ÷ 300 ml, dodać 0,1 - 0,2 ml roztworu chromianu potasowego i mieszając miareczkować roztworem azotanu srebra do pierwszej zmiany żółtego zabarwienia roztworu.

5.3.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość chlorku potasowego (**X**) obliczyć w % (**m/m**) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,007456 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka badanego chlorku potasowego, g,
0,007456 - ilość chlorku potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,15%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 200 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,

dla odczynnika cz. - 10 mg.

Roztwór chlorku potasowego dla gatunku cz.d.a. powinien być przezroczysty i bezbarwny.

5.3.5. Oznaczanie pH 5% roztworu wodnego. 5 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić, mieszając, w 95 ml wody nie zawierającej CO_2 i wykonać pomiar wartości pH na pehametrze wg PN-89/C-04963 p. 3.1.6.

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-82/C-04519 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 46 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po 1 h w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.3.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory oraz aparatura - wg PN-81/C-04527 p. 2.4.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody w kolbie aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.3 i 2.4.4.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po 10 min w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. i cz. - 0,05 mg N.

5.3.8. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-89/C-06500 p. 2.2.102.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 15 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po 10 min w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg PO_4^{3-} .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-81/C-04521/02.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/02.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po 10 min w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,004 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. - 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.3.10.1. Zasada metody. Wapń oznacza się techniką absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą dodatków wzorca.

5.3.10.2. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z wapniową katodą wnękową.

5.3.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór 25% (m/m).

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70, rozcieńczony wodą (10 + 90). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ca^{2+} .

5.3.10.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen - powietrze, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Wapń należy oznaczać przy długości fali 422,7 nm.

5.3.10.5. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 250 ml, uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą odmineralizowaną, wprowadzić 25,0 g badanego chlorku potasowego, rozpuścić w wodzie na gorąco, oziębic, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Do czterech kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć po 20 ml roztworu A oraz następujące objętości rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia wg 5.3.10.3b); 0, 0,25, 0,5, 1,0 ml.

Objętości każdej kolby uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenia dodatków wapnia w sporządzonych roztworach wynoszą odpowiednio: 0, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ i $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć kolejno w każdym z roztworów absorbancję wapnia w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Zawartość wapnia (X_1) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{\sum Y_k}{3} \quad (2)$$

w którym: $k = 1, 2, 3$

$$Y_k = \frac{A_0 \cdot c_n \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{(A_n - A_0) \cdot m_1 \cdot V_2} \quad (3)$$

A_0 - absorbancja oznaczanego pierwiastka w próbce bez dodatku wzorca,

A_n - absorbancja oznaczanego pierwiastka w próbce z dodatkiem wzorca,

V_1 - objętość roztworu A próbki, ml,

V_2 - objętość roztworu pobrana z objętości V_1 , ml,

V_3 - objętość roztworu próbki przygotowana do pomiaru, ml,

m_1 - odważka badanego chlorku potasu, g,

c_n - stężenie dodatku wzorca, g/ml.

5.3.10.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.3.11. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+}) metodą absorpcji atomowej

5.3.11.1. Zasada metody. Magnez oznacza się techniką absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą odczytu z krzywej wzorcowej.

5.3.11.2. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z magnezową katodą wnękową.

5.3.11.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a), rozcieńczony wodą (1 + 99). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Mg^{2+} .

5.3.11.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Pomiary absorbancji magnezu należy wykonać przy długości fali 285,2 nm.

5.3.11.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0, 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego magnezu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie magnezu w poszczególnych kolbach wynosi 0, $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$ i $8 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję magnezu w sporządzanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.11.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 10 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.10.5, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (Roztwór B).

Zmierzyć absorbancję magnezu w roztworze B w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość magnezu (X_2) w % (m/m) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{c_2 \cdot V_1 \cdot 500}{m_1} \quad (4)$$

w którym:

c_2 - stężenie magnezu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 - objętość roztworu A wg 5.3.10.5, ml,

m_1 - odważka badanego chlorku potasu wg 5.3.10.5, g.

5.3.11.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjmą średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.3.12. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+}) metodą żółceni tytanowej

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

a) Żółcień tytanowa wsk., roztwór 0,05% (m/m) świeżo przygotowany.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 50% (m/m) nie zawierający węglanów, przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.161.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a) i rozcieńczony (10 + 990). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego, 0,2 ml roztworu żółceni tytanowej i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Mg^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Mg^{2+} .

5.3.13. Oznaczanie zawartości sodu (Na^+)

5.3.13.1. Zasada metody. Sód oznacza się techniką fotometrii płomieniowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.13.2. Aparatura i przyrządy - wg PN-88/C-04953.

5.3.13.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony Na^+ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60 rozcieńczony wodą (10 + 90). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Na^+ .

5.3.13.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze w optymalnych warunkach pomiaru emisji ustalonych dla stosowanego fotometru płomieniowego z użyciem odpowiedniego dla oznaczanego pierwiastka filtru interferencyjnego lub monochromatora, przy następujących długościach fal linii spektralnych dla sodu 589 lub 589,6 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.13.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 ml rozcieńczo-

nego roztworu wzorcowego wg 5.3.13.3a), uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie w celu wykreślenia krzywej wzorcowej postępować zgodnie z PN-88/C-04953 p. 2.5.

5.3.13.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 1,0 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.10.5, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Tak przygotowany roztwór rozpylać w płomieniu palnika, oznaczając sód. Pomiar należy wykonać w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. W przypadku uzyskania odczytu powyżej ostatniego punktu na krzywej wzorcowej, próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć wodą. Zawartość sodu (X_3) % (m/m) obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{5 \cdot c_3 \cdot V_1 \cdot 10^3}{m_1} \quad (5)$$

w którym:

c_3 - stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 - objętość roztworu A wg 5.3.10.5, ml,

m_1 - odważka badanego chlorku potasu 5.3.10.5, g.

5.3.13.7. Wynik końcowy oznaczania - wg PN-88/C-04953 p. 2.7.

5.3.14. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (j. Pb^{2+})

5.3.14.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

5.3.14.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po 10 min w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb^{2+} .

5.3.15. Oznaczanie zawartości jodków (I^-)

5.3.15.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór 25% (m/m).

b) Chlorek żelazowy, roztwór 10% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06500.

c) Czterochlorek węgla.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony I^- , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.33 i rozcieńczony (10+990). 1 ml tak rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg I^- .

5.3.15.2. Wykonanie oznaczania. 11 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić lekko ogrzewając w 35 ml wody, dodać 2 ml kwasu solnego, wymieszać, dodać 1 ml roztworu chlorku żelazowego, wymieszać i odstawić na 5 min.

Następnie roztwór przenieść do rozdzielacza i wytrząsnąć z 5 ml czterochlorku węgla. Po rozdzieleniu się warstw warstwę czterochlorku węgla przenieść do zlewki z bezbarwnego szkła.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowo-fioletowe zabarwienie warstwy czterochlorku węgla w próbce badanej nie będzie intensywniejsze od różowofioletowego zabarwienia warstwy czterochlorku węgla otrzymanej z wytrząsania w tej samej objętości tej samej ilości odczynników i 1 g badanego chlorku potasowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. i cz. - 0,2 mg J^- .

Warstwę wodną w rozdzielaczu pozostawić do oznaczania bromków wg 5.3.16.

5.3.16. Oznaczanie zawartości bromków (Br^-)

5.3.16.1. Odczynniki i roztwory

- a) Bezwodnik kwasu chromowego, roztwór 10% (m/m) w kwasie siarkowym 25% (m/m).
- b) Jodek potasowy, roztwór 1% (m/m).
- c) Kwas siarkowy, roztwór 25% (m/m).
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Br^- przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.12. 1 ml przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 1 mg Br^- .

5.3.16.2. Wykonanie oznaczania. Do warstwy wodnej w rozdzielaczu, po oznaczeniu jodków dodać 1 ml roztworu bezwodnika kwasu chromowego, wymieszać, dodać 2 krople roztworu jodku potasowego, wymieszać i odstawić na 5 min. Następnie zawartość rozdzielacza wytrząsnąć z 5 ml czterochlorku węgla.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowofioletowe zabarwienie warstwy czterochlorku węgla w próbce badanej nie będzie intensywniejsze od różowofioletowego zabarwienia warstwy czterochlorku węgla, z wytrząsania w tej samej objętości, tej samej ilości odczynników i 1 g badanego chlorku potasowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. i cz. - 0,5 mg Br^- .

5.3.17. Oznaczanie zawartości baru (Ba^{2+})

5.3.17.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór 16% (m/m),
- b) Alkohol etylowy 96% (V/V),
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ba^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.7 i rozcieńczony (10 + 990). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ba^{2+} .

5.3.17.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15-ml wody (w razie potrzeby roztwór przesączyć), dodać 5 ml alkoholu etylowego, 0,6 ml kwasu siarkowego i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu po upływie 30 min nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Ba^{2+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe - Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6191-127

- a) usunięto gatunek ch.cz.,
- b) usunięto oznaczanie strat po prażeniu i wprowadzono oznaczanie zawartości procentowej składnika podstawowego wprost w preparacie nie prażonym,
- c) zaostrzono wymagania dotyczące zawartości siarczaków, fosforanów, żelaza, magnezu, wapnia i baru w gatunku cz.d.a. i cz.,
- d) wprowadzono oznaczenie pH 5% roztworu dla gatunku cz.,

e) zmieniono metodę oznaczania zawartości wapnia na metodę ASA dla gatunku cz.d.a. i cz.,

f) wprowadzono ilościowe oznaczanie zawartości jodków i bromków; równocześnie zmieniono metody oznaczania,

g) wprowadzono oznaczanie zawartości magnezu metodą ASA.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań

PN-82/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

- 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-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli
- PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-88/C-04953 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu metodą fotometrii płomieniowej
- PN-89/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych
- PN-89/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800x1200 - EUR
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-84/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane
- 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
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53 poz. 272 z 1984 r.)
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 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.) wraz z późniejszymi zmianami
- Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i nr 35 poz. 250 z 1986 r.)

4. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. - 1331-11,

dla gatunku cz. - 1331-42.

5. Autorzy projektu normy - mgr inż. Rozalia Adamczyk, mgr inż. Helena Czepelak i mgr inż. Ewa Chmielewska - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe - Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

6. Wymagania jakościowe dla gatunku cz.d.a. odpowiadają wymaganiom normy ISO 6353/2, z wyjątkiem zawartości sodu.