

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Odczynniki Azotan amonowy	6191-87
		Zamiast BN-69/6191-87
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Azotan amonowy ma:

- wzór sumaryczny: NH_4NO_3 ,
- masę molową: 80,05 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu amonowego cz.d.a:
AZOTAN AMONOWY cz.d.a. BN-87/6191-87

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan amonowy powinien być białym krystalicznym proszkiem, rozpuszczalnym w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu amonowego z preparatu wysuszonego, %, (m/m), nie mniej niż	99,5	99,0
b) Wilgoć, %(m/m), nie więcej niż	2,0	2,5
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,010
d) Pozostałość po prażeniu, %(m/m), nie więcej niż	0,02	0,05
e) Fosforanów (PO_4^{3-}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,0010
f) Chlorków (Cl^-), %(m/m), nie więcej niż	0,001	0,004
g) Siarczanów (SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,010
h) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0003	0,0006
i) Żelaza (Fe^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0002	0,0010
j) pH roztworu 5%(m/m), w granicach	4,5 ÷ 6	4,5 ÷ 6
k) Azotynów (NO_2^-), %(m/m), nie więcej niż	0,0004	0,0008
l) Wapnia (Ca^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,003	0,005
ł) Magnezu (Mg^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
m) Arsenu (As^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,00005	0,0001

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 kwietnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1987, poz. 25)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Azotan amonowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego wg BN-84/6833-23 z nakrętką z tworzywa sztucznego mającą podkładkę polietylenową.

Masa netto: 100, 250, 500 g.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

4.2.2. Opakowanie transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06 odporne na narażenia mechaniczne wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001, umieszczając znak niebezpieczeństwa dla materiałów utleniających i podtrzymujących palenie (nalepka wg wzoru nr 5 wg RID/ADR).

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001, umieszczając dodatkowo:

a) znak niebezpieczeństwa dla substancji utleniających i podtrzymujących palenie zgodnie z przepisami transportowymi (nalepka wg wzoru nr 5 wg RID/ADR),

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.3.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową.

4.4. Przechowywanie. Azotan amonowy należy przechowywać w opakowaniach wg 4.2 w krytych i suchych pomieszczeniach, zabezpieczany przed wpływami atmosferycznymi.

Azotanu amonowego nie należy magazynować w pomieszczeniach, w których są składowane materiały wybuchowe, związki organiczne, kwasy i inne materiały palne.

Dopuszczalna warstwa składowania dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy,

Okres gwarancji: 2 lata.

4.5. Transport. Azotan amonowy jest materiałem niebezpiecznym kl. 5.1.1.m.501 p. 6a RID, kl. 5.1.1.m.2501 p. 6a ADR. Opakowany i oznakowany wg 4.2 należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1.),
- oznaczanie zawartości azotanu amonowego (3.2a),
- oznaczanie wilgoci (3.2b),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu (3.2d),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2g),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),
- oznaczanie pH roztworu 5%(m/m) (3.2j),
- oznaczanie zawartości azotynów (3.2k),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2l),
- oznaczanie zawartości magnezu (3.2m),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2n).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Próbki odczynnika cz. należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej — równą sumie mas wszystkich próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 161	10

5.3. Opis badań

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

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny azotanu amonowego sprawdzić wizualnie. Rozpuszczalność sprawdzić w następujący sposób: 5 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g powinno rozpuścić się w 10 ml wody, w temperaturze około 20°C.

5.3.3. Oznaczanie zawartości azotanu amonowego NH_4NO_3 z preparatu wysuszonego

5.3.3.1. Zasada metody polega na związaniu jonu amonowego i miareczkowaniu wydzielonego kwasu azotowego wodorotlenkiem sodowym wobec fenoloftaleiny.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Fenoloftaleina roztwór alkoholowy 1%(m/m).
- Formalina roztwór 35%(V/V).
- Wodorotlenek sodowy roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 2,5 g badanego azotanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g, uprzednio wysuszonego w temperaturze 105°C do stałej masy wg 5.3.4 rozpuścić w 100 ml wody destylowanej.

Dodać roztwór przygotowany przez zmieszanie 25 ml roztworu formaliny i 25 ml wody destylowanej, uprzednio zobojętniony wodorotlenkiem sodowym wobec 0,1 ml roztworu fenoloftaleiny. Po 30 min miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego.

5.3.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość azotanu amonowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,08005 \cdot 100}{m_1} = \frac{V \cdot 8,005}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego wg $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m_1 — masa badanej próbki azotanu amonowego, g,

0,08005 — ilość azotanu amonowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$.

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

5.3.4. Oznaczanie zawartości wilgoci. Około 2 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do naczynka wagowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 105°C i zważonego z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość naczynka suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy. Wysuszony azotan amonowy pozostawić do oznaczania zawartości wg 5.3.3. Zawartość wilgoci (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

a_1 — masa naczynka z badanym azotanem amonowym przed suszeniem, g,

a_2 — masa naczynka z badanym azotanem amonowym po suszeniu, g,

m_2 — masa badanego azotanu amonowego, g.

5.3.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie obliczyć w procentach (X_3) wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_3 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

a_3 — masa pozostałości, g,

m_3 — masa badanego azotanu amonowego, g.

5.3.6. Oznaczanie pozostałości po prażeniu

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory. Kwas siarkowy (H_2SO_4) = 1,84 g/ml.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy w temperaturze 800°C i odważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym.

Dodać 1 ml kwasu siarkowego i ogrzewać w płomieniu palnika do usunięcia soli amonowych. Następnie wyprażyć w temperaturze 800°C do stałej masy. Pozostałość po prażeniu zachować do oznaczania wapnia i magnezu wg 5.3.14 i 5.3.15.

Pozostałość po prażeniu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_4 \cdot 100}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

a_4 — masa pozostałości, g,

m_4 — masa badanego azotanu amonowego, g.

5.3.7. Oznaczanie zawartości fosforanów PO_4^{3-}

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (HNO_3) = 1,4 g/ml oraz roztwór rozcieńczony (1+2).

b) Metawanadan amonowy (NH_4WO_3), roztwór przygotowany w następujący sposób: w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml umieścić 2,50 g metawanadanu amonowego, rozpuścić w 500 ml wrzącej wody. Po ostudzeniu dodać 20 ml kwasu azotowego (HNO_3) = 1,4 g/ml i uzupełnić wodą do 1000 ml.

c) Molibdenian amonowy, roztwór 5% (m/m).

d) Mieszanina reagująca, przygotowana w następujący sposób: zmieszać równe objętości roztworów w poniżej podanej kolejności: roztwór kwasu azotowego, roztwór metawanadanu amonowego i molibdenianu amonowego.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony PO_4^{3-} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.27 i rozcieńczony (10 + 990).

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg PO_4^{3-} .

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego azotanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 1 ml kwasu azotowego (HNO_3) = 1,4 g/ml, dodać 10 ml mieszaniny reagującej, a następnie roztwór rozcieńczyć wodą do 50 ml.

Badany azotan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po upływie 1 h w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie powstałe w roztworze porównawczym, zawierającym te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg PO_4^{3-} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości chlorków Cl^-

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 40 ml wody, wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2 sposób A.

Do roztworu porównawczego dodać:
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. — 0,08 mg Cl^- .

5.3.9. Oznaczanie zawartości siarczanów SO_4^{2-}

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek barowy roztwór 5%(m/m).
- Siarczan potasowy.
- Alkohol etylowy rektyfikowany 96%.
- Kwas solny o $\rho = 1,15$ g/ml.

e) Alkoholowy roztwór siarczanu potasowego przygotowany w następujący sposób: odważyć 0,02 g siarczanu potasowego przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w alkoholu etylowym 30% i rozcieńczyć alkoholem 30% do kreski i dobrze wymieszać.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.55 i rozcieńczony (1+99). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w zlewce pojemności 100 ml i rozpuścić w 20 ml wody.

Następnie roztwór zakwasić 0,5 ml kwasu solnego.

Do zlewki pojemności 50 ml dodać 0,25 ml alkoholowego roztworu siarczanu potasowego, 1 ml roztworu chlorku barowego.

Zawartość zlewki dobrze wymieszać (roztwór zaszczipający), dodać roztwór (20 ml) zawierający rozpuszczoną próbkę i całość wymieszać. Porównać powstałe zmętnienie po upływie 15 min z roztworem wzorcowym.

Badany azotan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w roztworze badanym nie jest intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego te same ilości odczynników co próbka badana oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich Pb^{2+}

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny roztwór 25%(m/m).
- Gliceryna.
- Octan amonowy.
- Tioacetamid roztwór 4%(m/m), trwały w ciągu 3 dni.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1$ mol/l.

f) Roztwór buforowy o pH = 3,5, przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 200 ml odważyć 50,00 g octanu amonowego, dodać 50 ml wody, 70,0 ml roztworu kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać.

g) Tioacetamid odczynnikowy, roztwór przygotowany w następujący sposób: 2,0 ml roztworu tioacetamidu i 10,0 ml roztworu mieszaniny wodorotlenku sodowego i gliceryny wg h) wprowadzić do próbki, wymieszać i ogrzewać w łaźni wodnej w ciągu 20 s. Roz-

twór należy każdorazowo przygotować bezpośrednio przed dodaniem do roztworu badanego.

h) Mieszanina wodorotlenku sodowego i gliceryny, przygotowana w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 100 ml przenieść 15 ml roztworu wodorotlenku sodowego, 5 ml wody, 20 ml gliceryny i dobrze wymieszać.

i) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1 i rozcieńczony wodą (10+990).

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego azotanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5,0 ml roztworu buforowego i wymieszać.

Następnie dodać 3,0 ml ogrzanego odczynnikowego roztworu tioacetamidu, wymieszać i porównać powstałe ściemnienie po upływie 2 min. Badany azotan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe ściemnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

- dla gatunku cz.d.a. — 0,03 mg Pb^{2+} ,
dla gatunku cz. — 0,06 mg Pb^{2+} .

5.3.11. Oznaczanie zawartości żelaza Fe^{3+}

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/05 p. 4.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04521/05 p. 7 lub 8.

Badany azotan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.3.12. Oznaczanie wartości pH roztworu 5%(m/m)

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-77/C-04963 p. 2.2.3.

5.3.12.2. Aparatura i przyrządy — wg PN-77/C-04963 p. 2.2.2.

5.3.12.3. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml w około 80 ml wody, nie zawierającej dwutlenku węgla, a następnie rozcieńczyć wodą do 100 ml i dobrze wymieszać.

Do suchego naczynka wlać część badanego roztworu, zanurzyć w roztworze elektrody (szklana — kalomelowa) lub elektrodę kombinowaną i sprawdzić wskazania uprzednio wzorcowanego pehametru. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch zgodnych wyników pomiaru.

5.3.13. Oznaczanie zawartości azotynów NO_2^-

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-86/C-04536 p. 2.3.1.

5.3.13.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego azotanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 40 ml wody. Roztwór przesączyć przez sączek uprzednio przemyty wodą, dodać 1 ml odczynnika i wymieszać.

Badany azotan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze (badanym po upływie 10 min) nie będzie intensywniejsze, niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,004 mg NO_2^- ,

dla odczynnika cz. — 0,008 mg NO_2^- .

5.3.14. Oznaczanie zawartości wapnia Ca^{2+}

5.3.14.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z wapniową katodą wnątkową.

5.3.14.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór o $(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70 i rozcieńczony wodą (10+90).

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Ca}^{2+}$.

5.3.14.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Pomiary należy wykonać przy długości fali 422,7 nm.

5.3.14.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 0,5, 1,0, 2,0, 4,0, 6,0 ml roztworu wzorcowego wapnia, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie wapnia w poszczególnych kolbach wynosi: $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $6 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$. Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.14.5. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po prażeniu otrzymaną w 5.3.6.2 rozpuścić w 2 ml roztworu kwasu solnego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość wapnia (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{c_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m_5} \quad (5)$$

w którym:

c_1 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość próbki roztworu A przygotowanego do pomiaru, ml,

m_5 — masa badanego azotanu amonowego wg 5.3.6.2, g.

5.3.15. Oznaczanie zawartości magnezu Mg^{2+}

5.3.15.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z magnezową katodą wnątkową.

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

5.3.15.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Pomiary należy wykonać przy długości fali 285,2 nm.

5.3.15.4. 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 roztworu wzorcowego magnezu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie magnezu w poszczególnych kolbach wynosi $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$ i $1,10^{-6} \text{ g/ml}$.

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

5.3.15.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 25 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.14.5, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

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

Zawartość magnezu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{c_2 \cdot V_1 \cdot 2 \cdot 100}{m_5} \quad (6)$$

w którym:

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

V_1 — objętość próbki roztworu A przygotowanego do pomiaru p. 5.3.14.5, ml,

m_5 — masa badanego azotanu amonu wg 5.3.6.2, g.

5.3.16. Oznaczanie zawartości arsenu As^{3+}

5.3.16.1. Odczynniki i roztwory wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz kwas solny stężony $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$.

5.3.16.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego azotanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g przenieść do parownicy szklanej, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 10 ml kwasu solnego (961,19) odparować do sucha na łaźni wodnej.

Odparowanie powtórzyć dwukrotnie, rozpuszczając pozostałość w 20 ml wody z dodatkiem 10 ml kwasu solnego.

Dalej postępować wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6.

Badany azotan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie krążka nasyconego roztworem bromku rtęciowego, w badanej próbce nie będzie silniejsze od zabarwienia wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany w tym samym czasie i za-

wierający w tej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany, oraz:

dla gatunku cz.d.a. — 0,005 mg As^{3+} ,

dla gatunku cz. — 0,01 mg As^{3+} .

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-69/6191-87

a) znowelizowano metody badań procentowej zawartości głównego składnika oraz metali ciężkich,

b) wprowadzono oznaczanie wartości pH roztworu 5%(m/m) zamiast kwasowości,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości wilgoci oraz wapnia i magnezu metodą absorpcji atomowej,

d) zastrzono wymaganie dotyczące zawartości chlorków w gatunku cz.d.a. i siarczanów w gatunku cz.d.a. i cz.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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-04521/05 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem kwasu sulfosalicylowego

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-86/C-04536 Odczynniki. Oznaczanie małych zawartości azotynów

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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 czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200-EUR.

PN-86/O-79100 Opakowanie transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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 1968 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz.TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTiF) (Dz.TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbol KTM — wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Autorzy projektu normy — inż. Bożena Dudzik, Renata Niewięć, mgr inż. Helena Czepelak — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.