

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Odczynniki Jodek potasowy	6191-131
		Zamiast BN-74/6191-131
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest jodek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Jodek potasowy ma:

- wzór chemiczny KJ,
- masę molową 166,01 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki jodku potasowego, oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia jodku potasowego czystego do analizy:

JODEK POTASOWY cz.d.a. BN-90/6191-131

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Jodek potasowy powinien być substancją stałą, krystaliczną, bezbarwną, bez zapachu, bardzo łatwo rozpuszczalną w wodzie. Łatwo rozpuszczalną w alkoholu metylowym i etylowym. Pod wpływem powietrza i wilgoci żółknie ze względu na wydzielanie się wolnego jodu. Światło przyspiesza proces rozkładu.

3.2. Wymagania szczegółowe — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość jodku potasowego (KJ) w preparacie wysuszonym, $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,5	99,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$ nie więcej niż	0,005	0,02
c) Odczyn pH 5 $\%(m/m)$ roztworu, w granicach	6 ÷ 8	nie normalizuje się
d) Chlorków i bromków (jako Cl ⁻), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,1
e) Jodanów i jodu (jako JO ₃ ⁻), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,01
f) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), $\%(m/m)$ nie więcej niż	0,001	0,01
g) Fosforanów (PO ₄ ³⁻), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
h) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
i) Arsenu (As), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,00001	nie normalizuje się
j) Żelaza (Fe), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0003	0,001
k) Metali ciężkich (jako Pb ²⁺) nie więcej niż	0,0005	0,001
l) Wapnia (Ca ²⁺), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,01
m) Magnezu (Mg ²⁺), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
n) Sodiu (Na ⁺), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	0,2
o) Wilgoci, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,1	0,1

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 grudnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1991, poz. 5)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Jodek potasowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego typu POCh wg BN-84/6833-23, zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego wg PN-88/O-79002 wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo powinny być zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, jeżeli zabezpieczono jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoii stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub skrzynki przegrodowe z tworzyw sztucznych do odczynników chemicznych, wykonane metodą wtrysku z poliolefin o wymiarach 415 × 285 × 260 mm, odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy A, odmiany a i rodzaju Z.

Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową „pneumopak” lub innymi podobnymi i ustawić w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe kombinowane stanowią worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06 umieszczone w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351 lub w bębnach zwijanych z tektury wzmocnionych obręczami metalowymi, z dnami i wiekami z tworzywa drzewnego, pojemności 35 i 50 l, wysokości 325 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm.

Beczki drewniane i bębny z tektury powinny być odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy B, odmiany b i rodzaju X.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpieczano jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.10.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych — wg PN-87/C-80001 p. 4.2.1.

4.3. Przechowywanie. Jodek potasowy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek i beczek drewnianych — 4, dla bębnow z tektury — 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata od daty produkcji.

4.4. Transport. Jodek potasowy nie podlega przepisom transportowym RID/ADR. Opakowany wg 4.2 można przewozić dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z przepisami transportowymi dla danego produktu¹⁾.

Dopuszczalna warstwa ładowania wynosi: dla skrzynek — 4, dla beczek drewnianych — 3, dla bębnow tekturowych — 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości jodku potasowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków i bromków (jako Cl⁻) (3.2d),
- oznaczanie zawartości jodanów i jodu (jako JO₃⁺) (3.2e),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2g),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2h),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2i),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2k),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2l), magnezu (3.2m), sodu (3.2n),
- oznaczanie zawartości wilgoci (3.2o).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg jodku potasowego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobrać zgodnie z PN-88/C-80047, natomiast próbki odczynnika w gatunku cz. zgodnie z PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne.

Najmniejsza wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

Tablica 2

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono inaczej należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, zwaną w dalszej treści normy wodą, a do oznaczeń metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej wodę redestylowaną.

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

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenie wizualnie postać i barwę próbki jodku potasowego zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2. Rozpuszczalność określić zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości jodku potasowego

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość jodku potasowego oznacza się argentometrycznie metodą pośrednią, tzn. dodając mianowanego roztworu azotanu srebra w nadmiarze w stosunku do ilości jonów jodkowych i odmiareczkując ten nadmiar mianowanym roztworem rodanku amonowego wobec alunu żelazowo-amonowego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Alun żelazowo-amonowy, roztwór nasycony.
- b) Kwas azotowy, roztwór 25%(m/m).
- c) Azotan srebra, roztwór mianowany o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.1.
- d) Tiocyjanian amonowy, roztwór mianowany o $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/03 p. 2.2.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczenia. Odważyć około 0,5 g próbki jodku potasowego uprzednio wysuszonego do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5 ml kwasu azotowego i mieszając dodać 50,0 ml roztworu azotanu srebra.

Roztwór mieszać około 1 min, a następnie dodać 2 ml roztworu alunu żelazowo-amonowego i odmiareczkować nadmiar azotanu srebra mianowanym roztworem rodanku amonowego do zmiany zabarwienia roztworu.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość jodku potasowego (X_1) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0166 \cdot 100}{m_1} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 1,66}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

- V_1 — objętość mianowanego roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, dodana do roztworu, ml,
- V_2 — objętość mianowanego roztworu rodanku amonowego o $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,
- 0,0166 — ilość jodku potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g,
- m_1 — masa odważki próbki jodku potasowego, g.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wy-

ników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekroczyć 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć z dokładnością do 0,01 g 60 g próbki jodku potasowego, rozpuścić w 600 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Próbka jodku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa substancji nierozpuszczalnych w wodzie nie przekracza:

- dla gatunku cz.d.a. — 3 mg,
- dla gatunku cz. — 12 mg.

5.4.5. Oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu należy wykonać wg PN-89/C-04963 p. 3.1.

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków i bromków (jako Cl^-)

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz:

- a) kwas siarkowy, roztwór 16%(m/m),
- b) sodowy azotyn, roztwór 10%(m/m),
- c) papierki jodo-cynko-skrobiowe.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,2 g jodku potasowego z dokładnością do 0,001 g, przenieść do kolby stożkowej z szeroką szyjką pojemności 100 ml, rozpuścić w około 30 ml wody, dodać 5 ml roztworu kwasu siarkowego i 3 ml roztworu azotynu sodowego, uzupełnić zawartość kolby do objętości 40 ml wodą. Następnie ogrzać do wrzenia i gotować do odbarwienia roztworu, zaniku zapachu jodu oraz całkowitego rozłożenia azotynu sodowego (sprawdzić za pomocą papierka jodo-cynko-skrobiowego), utrzymując stałą objętość 40 ml. Po oziębieniu wykonać oznaczania wg PN-82/C-04518 p. 2.4.6.

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

5.4.7. Oznaczanie zawartości jodanów i jodu

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór o $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.
- b) Skrobia, roztwór 1%(m/m), przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.134.
- c) Woda destylowana nie zawierająca węglanów, przygotowana wg PN-89/C-06500 p. 2.2.148.
- d) Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, otrzymany przez rozcieńczenie 1 + 9 roztworu przygotowanego wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.2.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 20 g jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 40 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu siarkowego, 2 ml roztworu skrobi jako wskaźnika i odmiareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego do zaniku niebieskiego zabarwienia roztworu.

5.4.7.3. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość jodanów i jodu (X_2) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_3 \cdot 0,0002915 \cdot 100}{m_2} = \frac{V_3 \cdot 0,02915}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

V_3 — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0100 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania, ml,

m_2 — masa odważki próbki jodku potasowego, g,

0,0002915 — ilość joda odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,0100 \text{ mol/l}$, g/ml.

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

5.4.8. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę jodku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeśli zmętnienie powstałe po upływie 10 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,20 mg SO_4^{2-}

5.4.9. Oznaczanie zawartości fosforanów

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek cynawy, roztwór 2%(m/m) w stężonym kwasie solnym.

b) Eter etylowy.

c) Kwas azotowy, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

d) Kwas solny, roztwór 5%(m/m) i 25%(m/m).

e) Molibdenian amonowy, roztwór 10%(m/m).

f) Roztwór wzorcowy podstawowy fosforanów (PO_4^{3-}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.27. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego fosforanów zawiera 1 mg PO_4^{3-} .

g) Roztwór wzorcowy roboczy fosforanów (PO_4^{3-}), otrzymany przez rozcieńczenie wodą, (1 + 99) roztworu wg poz. f), 1 ml wzorcowego roztworu roboczego fosforanów zawiera 0,01 mg PO_4^{3-} .

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 5 ml wody, dodać 5 ml kwasu azotowego i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5 ml roztworu molibdenianu amonowego, doprowadzić odczyn roztworu do $\text{pH} = 1,8$ roztworem kwasu solnego i ogrzać do zagotowania. Po ochłodzeniu dodać 10 ml roztworu kwasu solnego 25%(m/m) i dodać 0,2 ml roztworu chlorku cynawego.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę jodku potasowego odpowiada wymaganiom normy, je-

żeli zabarwienie warstwy eterowej powstałe w roztworze badanym jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. — 0,020 mg PO_4^{3-} .

5.4.10. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 150 ml wody i przenieść do kolby aparatu destylacyjnego. Dalej prowadzić oznaczanie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę jodku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po upływie 10 min w roztworze badanym jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. — 0,020 mg N.

5.4.11. Oznaczanie zawartości arsenu

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3 oraz dwuetylodwutiokarbaminian srebrny (AgDDTK), roztwór. Rozpuścić 1 g AgDDTK odważonego z dokładnością do 0,01 g w 150 ml chloroformu, dodać 2 g etanoloaminy, dopełnić do objętości 200 ml chloroformem i wymieszać. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła. Roztwór jest trwały przez około 2 tygodnie.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 20 g próbki jodku potasowego, rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04511 p. 2.4.6, używając zamiast roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu srebrnego wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3d) roztwór dwuetylodwutiokarbaminianu srebrnego wg 5.4.11.1.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę jodku podstawowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia powstałego w roztworze badanym jest mniejsza lub równa intensywności zabarwienia w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. — 0,002 mg As.

5.4.12. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.12.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/02 p. 4 oraz kwas siarkowy, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w szklanej parownicy w 5 ml wody, dodać 5 ml kwasu siarkowego. Następnie odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 0,5 ml roztworu kwasu solnego i 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/02 p. 8.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę jodku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia powstałego w roztworze badanym jest mniejsza lub równa intensywności roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Fe^{3+}

dla odczynnika cz. — 0,050 mg Fe^{3+}

5.4.13. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (jako Pb^{2+})

5.4.13.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515.

5.4.13.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

Próbka jodku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zabarwienie roztworu badanego 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. — 0,05 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,01 mg Pb^{2+} .

5.4.14. Oznaczanie zawartości wapnia, magnezu i sodu

5.4.14.1. Zasada metody. Wapń, magnez i sód oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.4.14.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

b) Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu (Mg^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego magnezu zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Mg}^{2+}$.

c) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Na}^+$.

d) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego wapnia zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$.

e) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Mg^{2+} , Ca^{2+} i Na^+ . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych wg poz. b), c), d), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5} \text{ g}$ jonów Mg^{2+} , Na^+ i Ca^{2+} .

Dopuszcza się stosowanie wzorcowych roztworów podstawowych magnezu, sodu i wapnia wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60 i 2.2.1.70.

5.4.14.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem,

b) Lampy: magnezowa, sodowa i wapniowa z katodami wnękowymi.

5.4.14.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję magnezu należy mierzyć przy długości fali 285,2 nm, sodu — 589 nm i wapnia — 422,7 nm.

5.4.14.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 1,0; 2,0; 5,0 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.14.2e),

dodać po 1 ml kwasu azotowego dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenia poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorców wynoszą: 0; $1 \cdot 10^{-7}$; $2 \cdot 10^{-7}$; $5 \cdot 10^{-7}$; $1 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$.

Zmierzyć absorbancję magnezu, sodu i wapnia w przygotowanych roztworach w warunkach danych w 5.4.14.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.14.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego, następnie dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję magnezu i wapnia w roztworze A, natomiast sodu w roztworze B otrzymanym przez rozcieńczenie 1 + 19 roztworu A, w warunkach podanych w 5.4.14.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenie magnezu, sodu i wapnia w roztworze.

5.4.14.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość magnezu (X_3) i wapnia (X_4) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{3,4} = \frac{a_{1,2} \cdot V_4 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

natomiast zawartość sodu (X_5) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_3 \cdot V_4 \cdot 20 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w których:

$a_{1,2,3}$ — stężenie odpowiednio magnezu, wapnia i sodu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_4 — objętość roztworu A, przygotowanego wg 5.4.14.6, ml.

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

5.4.15. Oznaczanie zawartości wilgoci. Odważyć około 5 g próbki jodku potasowego z dokładnością do 0,0002 g i wykonać oznaczanie wg PN-88/C-04970 p. 3.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.5. Ocena wyników badań. Partię jodku potasowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki jodku potasowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.3 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie

odbiorcy do każdej partii jodku potasowego producent zobowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne”, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6191-131

- a) zrezygnowano z oznaczania alkaliczności, baru i glinu,
- b) zmodyfikowano metodę oznaczania arsenu i fosforanów,
- d) zmieniono metody oznaczania: wapnia, magnezu i sodu,
- e) zaostorzono poziom wymagań dla jodu i jodanów, fosforanów w gatunku cz.d.a. oraz sodu i arsenu.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

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-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04512/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą laboratoryjną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów roztworów mianowanych. Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)

PN-81/C-04530/03 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach strąceniowych

PN-88/C-04970 Odczynniki. Metody oznaczania zawartości wody

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-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalne czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-88/O-79002 Opakowania jednostkowe. Zamknięcia. Technologia

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

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

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

BN-84/6414-06 Opakowania z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane

BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastifikowanego polichlorku winylu. Szeregi wymiarowe

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 Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

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.)

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.

4. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunków cz. — 1331-42.

5. Informacje dotyczące legalnych roztworów wzorcowych do absorpcji atomowej. Legalne roztwory wzorcowe do absorpcji atomowej o stężeniach 1 mg pierwiastka w 1 ml produkowane są przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów „Wzormat”, ul. Elekoralna 2, 00-139 Warszawa.

6. Poziom wymagań normy dostosowano do poziomu firm światowych: Merck, BDH, Fluka, Riedel de Haën.

7. Autor projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne”, Lublin.