

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Odczynniki	
	Azotan sodowy	
	BN-86 6191-110	
		Zamiast BN-72/6191-110
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan sodowy ma:

- a) wzór chemiczny: NaNO_3 ,
- b) masę molową: 84,99 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i ilości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki azotanu sodowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu sodowego czystego do analizy:

AZOTAN SODOWY cz.d.a. BN-86/6191-110

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan sodowy powinien mieć postać białego drobnokrystalicznego proszku.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Pakowanie, przechowywanie i transport azotanu sodowego powinno odbywać się zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe. Słoje szklane wg BN-84/6833-23 zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02 z podkładką. Konfekcjonowanie do słoje może odbywać się u dystrybutora przez przepakowanie z worków z folii polietylenowej umieszczonych w workach papierowych.

Masa opakowania jednostkowego: 100, 250, 500 lub 1000 g.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych — zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

4.2.3. Opakowania transportowe

a) Skrzynki drewniane służące jako opakowanie produktu w słojach, zamknięte, odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 2 i odmiany 1. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w jednej warstwie.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Azotanu sodowego (NaNO_3) w substancji wysuszonej, $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,8	99,5
b) Wody, $\%(m/m)$, nie więcej niż	1,0	1,0
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
e) Chlorańców i nadchlorańców (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,006
f) Azotynów (NO_2^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,0005
g) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,02
h) Fosforanów (PO_4^{3-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,001
i) Metali ciężkich (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,001
k) Wapnia (Ca^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,004
l) Magnezu (Mg^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,003
m) Soli amonowych (NH_4^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
n) Potasu (K^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
o) pH 5 $\%(m/m)$ roztworu	5,0 ÷ 7,5	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Zakłady Azotowe im. Pawła Findera w Chorzowie
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 30 kwietnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1986 poz. 25)

b) Worki papierowe 50 kg, pięciowarstwowe z wkładką bitumiczną wg PN-76/P-79005 i wymiarach zgodnych z PN-82/O-79027 z umieszczonymi w nich workami z folii polietylenowej wykonanymi wg wymagań określonych w PN-81/O-79781.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczający produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania oraz mający wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

Opakowanie do celów transportowych powinno być zgodne z obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾.

W przypadku stosowania paletyzacji opakowania transportowe należy formować na paletach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216 zgodnie z PN-78/O-79021. Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą, stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,9 m.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych. Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii, miesiąc i rok produkcji,
- d) masę netto i brutto,
- e) okres gwarancji,

f) znak niebezpieczeństwa określający materiały podtrzymujące palenie zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi dla materiałów niebezpiecznych kl. RID/ADR 5.1.

4.3. Przechowywanie. Azotan sodowy w workach papierowych należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i zabezpieczonych przed wilgocią. Okres gwarancji: 2 lata. Nie magazynować razem z substancjami łatwopalnymi i wybuchowymi. Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 3.

4.4. Transport. Azotan sodowy jest zaliczany do klasy 5.1. Opakowany wg 4.2 należy przewozić krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu kolejowego i drogowego materiałów niebezpiecznych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości azotanu sodowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości wody (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości chloranów i nadchloranów (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości azotynów (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2i),

k) oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),

l) oznaczanie zawartości wapnia (3.2k),

m) oznaczanie zawartości magnezu (3.2l),

n) oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2m),

o) oznaczanie zawartości potasu (3.2n),

p) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2o).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu w workach papierowych stanowi najwyżej 2000 kg azotanu sodowego jednego gatunku przeznaczonego dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047, w przypadku odczynnika cz. — wg PN-67/C-04500.

Z każdej partii wysyłkowej produktu w workach należy pobrać próbki pierwotne z następującej ilości opakowań: do trzech z każdego, powyżej trzech z co drugiego. Probki należy pobierać próbnikiem nr 16 wg PN-74/C-60008, w którym wewnętrzny element nie ma przegród. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 500 g.

5.4. Opis badań

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

Podane liczby mas odważek oraz dokładności ważenia należy interpretować zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.4.3 lub p. 2.4.4, jeżeli w opisie nie podano inaczej.

5.4.2. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy wykonać wizualnie.

5.4.3. Oznaczanie zawartości azotanu sodowego (NaNO₃)

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy ($\rho = 1,83 \text{ g/ml}$), roztwór (1+4).
- b) Węglan amonowy.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Około 4 g drobno roztartego badanego azotanu sodowego suszyć przez $3 \div 4 \text{ h}$ w temperaturze $130 \div 140^\circ\text{C}$ i ostudzić w eksykatorze.

W tyglu porcelanowym, wyprażonym do stałej masy w temperaturze $600 \div 700^\circ\text{C}$ i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, odważyć $0,9 \div 1 \text{ g}$ badanego azotanu sodowego z taką samą dokładnością. Do tygla dodać 4 ml kwasu siarkowego i ogrzewać pod wyciągiem, podnosząc stopniowo temperaturę do około 300°C , do zaniku dymów kwasu siarkowego i zestalenia się zawartości tygla.

Po ostudzeniu tygla do temperatury pokojowej dodać $0,1 \div 0,2 \text{ g}$ węglanu amonowego w drobnych kawałkach, nakryć tygiel przykrywką, ogrzewać w temperaturze około 80°C do całkowitego rozkładu węglanu amonowego, usunąć przykrywkę i wyprażyć w temperaturze $600 \div 700^\circ\text{C}$. Dodawanie węglanu amonowego i prażenie powtarzać do uzyskania stałej masy.

Zawartość azotanu sodowego w wysuszonym odczynniku obliczyć w procentach (X) wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 1,1968 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

w którym:

a — masa wyprażonego osadu, g,

m — masa odważki próbki, g,

1,1968 — mnożnik przeliczeniowy siarczanu sodowego na azotan sodowy.

5.4.3.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,2% wyniku niższego.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody

5.4.4.1. Wymagania ogólne. W wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g naczynku wagowym odważyć około 5 g badanego azotanu sodowego z taką samą dokładnością i ogrzewać w suszarce w temperaturze 130°C do stałej masy.

Zawartość wody obliczyć wg wzoru (X_1)

$$X_1 = \frac{(m - a) \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m — masa odważki próbki, g,

a — masa próbki po wysuszeniu, g.

5.4.4.2. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 50,0 g badanego azotanu sodowego, rozpuścić w około 250 ml gorącej wody i postępować dalej wg PN-54/C-04517. Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,000 g badanego azotanu sodowego, przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 ml, rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3 z tym, że objętości porównywanych roztworów należy uzupełnić wodą do 50 ml, zaś zmętnienie próbek obserwować na ciemnym tle, patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości chloranów i nadchloranów (Cl^-)

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

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,000 g badanego azotanu sodowego, przenieść ilościowo do tygla porcelanowego, ogrzewać przez 30 min w temperaturze 650 ÷ 700°C i ostudzić. Zawartość tygla rozpuścić w 10 ÷ 15 ml wody, roztwór zobojętnić wobec papierka uniwersalnego 25%(m/m) kwasem azotowym, przepłukać wodą do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 ml tak, aby objętość roztworu wynosiła około 30 ml

i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3 z tym, że objętości porównywanych roztworów należy uzupełnić wodą do 50 ml, zaś zmętnienie próbek obserwować na ciemnym tle, patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,06 mg Cl^-

i dodatkowo 1,000 g badanego azotanu sodowego.

5.4.8. Oznaczanie zawartości azotynów (NO_2^-)

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik Griessa przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.44.

b) Roztwór wzorcowy podstawowy azotynu (NO_2^-) przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.6.

1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg NO_2^- .

c) Roztwór wzorcowy roboczy azotynu (NO_2^-), przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.8.1b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg NO_2^- .

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,500 g badanego azotanu sodowego cz.d.a. lub 1,000 g cz., przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 ml, rozpuścić w 40 ml wody, dodać 1 ml odczynnika Griessa, dopełnić wodą do 50 ml i wymieszać.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie powstałe w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsze od zabarwienia jednocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 0,005 mg NO_2^- .

Barwy roztworów należy porównywać na białym tle patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

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

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1a), c), h), i).

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,000 g badanego azotanu sodowego, przenieść ilościowo do szerokiej zlewki pojemności 100 ml, dodać 10 ml 25%(m/m) kwasu solnego i odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Do suchej pozostałości dodać 5 ml wody oraz 5 ml tego samego kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Otrzymaną pozostałość rozpuścić w 46 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3, nie zobojętniając próbki.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,4 mg SO_4^{2-} .

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

5.4.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu sodowego, rozpuścić przez słabe ogrzanie w 10 ml wody, ostudzić do temperatury pokojowej, objętość uzupełnić wodą do 15 ml i wykonać

oznaczanie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5 przez wizualne porównanie barw roztworów próbki i porównawczego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

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

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

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

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu sodowego, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4 przy użyciu cylindrów kolorymetrycznych z tą różnicą, że nie należy zubożać badanej próbki przed dodaniem winianu potasowo-sodowego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+} .

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

5.4.12.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04521/03 p. 3.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/03 p. 4c), e), g).

5.4.12.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,000 g badanego azotanu sodowego, przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 ml, rozpuścić w około 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 6, ustalając wynik za pomocą roztworu próbki porównawczej sposobem wg p. 9.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego nie jest wyższa od absorbancji roztworu porównawczego zawierającego:

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

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe^{3+} .

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

5.4.13.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd, roztwór wodny 0,02%(m/m), świeżo przygotowany i przesączony.

b) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}) przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70.

1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Ca^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy wapnia (Ca^{2+}) przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.13.1b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży.

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

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

5.4.13.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,500 g badanego azotanu sodowego, rozpuścić i dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml i wymieszać (roztwór A).

Roztwór A należy zachować do oznaczania soli amonowych wg 5.4.15.

Z roztworu A odmierzyć 20,0 ml przy badaniu azotanu sodowego cz.d.a. lub 10,0 ml przy badaniu azotanu sodowego cz., przenieść do cylindra kolorymetrycznego pojemności 25 ml, dodać 1 ml wodorotlenku sodowego, następnie 1 ml mureksydu, mieszając po dodaniu każdego odczynnika, dopełnić wodą do 25 ml i wymieszać.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w badanym roztworze po 2 min zmiana barwy z fioletowej na różowofioletową nie będzie intensywniejsza niż zmiana barwy jednocześnie przygotowanego roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 0,01 mg Ca^{2+} .

Barwy roztworów należy porównywać na białym tle, patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

5.4.14. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+})

5.4.14.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek wapniowy, roztwór przygotowany w następujący sposób: odważyć 2,5 ÷ 2,6 g, z dokładnością do 0,001 g, węglanu wapniowego uprzednio wysuszonego do stałej masy w 105°C, dodać około 100 ml wody, a następnie 6 ÷ 7 ml kwasu solnego ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$). Po rozpuszczeniu się węglanu, roztwór zagotować, ostudzić, zubożyć przez dodanie kroplami wodorotlenku sodowego do pH 6 ÷ 8 wobec uniwersalnego papierka wskaźnikowego, a następnie dodać 10 ÷ 12 ml wodorotlenku w nadmiarze, dopełnić wodą do 1 l i wymieszać. Po około 1 h roztwór przesączyć przez gęsty sączek jakościowy, a przesącz zubożyć tym samym kwasem solnym do pH 6 ÷ 7 wobec uniwersalnego papierka wskaźnikowego.

b) Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu (Mg^{2+}) przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39.

1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Mg^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy magnezu (Mg^{2+}) przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.14.1b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży.

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

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór około 30%(m/m), wolny od węglanów, przygotowany przez rozcieńczenie roztworu około 50%(m/m) wg PN-81/C-06500 p. 2.2.68. Roztwór przechowywać w zamkniętym naczyniu polietylenowym.

e) Żółcień tytanowa — roztwór wodny 0,5%(m/m), świeżo przygotowany i przesączony.

5.4.14.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,000 g badanego azotanu sodowego, przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego pojemności 25 ml, rozpuścić w 10 ml wody, dodać 2 ml roztworu chlorku wapniowego, następnie 0,2 ml żółcieni tytanowej, wymieszać, dodać 2 ml wodorotlenku sodowego, dopełnić wodą do 25 ml i powtórnie wymieszać.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie powstałe w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsze niż zabarwienie jednocześnie przygotowanego roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz

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

dla odczynnika cz. — 0,03 mg Mg^{2+} .

Barwy roztworów należy porównywać na białym tle, patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

5.4.15. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

5.4.15.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04525 p. 2.4.

5.4.15.2. Wykonanie oznaczania. Z roztworu A wg 5.4.13.2 odmierzyć 20,0 ml, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 40 ml i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04525 p. 2.6 przez wizualne porównanie barw roztworów próbki i porównawczego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg NH_4^+ .

5.4.16. Oznaczanie zawartości potasu (K^+)

5.4.16.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

5.4.16.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy wolny od potasu otrzymany przez co najmniej 3-krotne przekrystalizowanie chlorku sodowego cz.d.a. i wysuszenie go do stałej masy w temperaturze 130°C.

b) Kwas solny ($\rho = 1,19$ g/ml).

c) Roztwór wzorcowy podstawowy potasu (K^+) przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e).

1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg K^+ .

d) Roztwór wzorcowy roboczy potasu (K^+) przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.16.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży.

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,01 mg K^+ .

5.4.16.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,000 g badanego azotanu sodowego, przenieść ilościowo do szerokiej zlewki pojemności 100 ml, rozpuścić w około 20 ml wody, dodać 5 ml kwasu solnego, nakryć zlewkę

szkiełkiem zegarkowym i gotować do pojawienia się pierwszych kryształów soli, opłukać szkiełko wodą, usunąć je i odparować zawartość zlewki na wrzącej łaźni wodnej do sucha. Do suchej pozostałości dodać 5 ml wody i ponownie odparować do sucha na łaźni wodnej, a następnie ogrzewać próbkę przez 15 min w temperaturze około 110°C. Zawartość zlewki rozpuścić w około 50 ml wody, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 w sposób wg p. 2.5.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wynik pomiaru nie będzie wyższy od wyniku pomiaru roztworu wzorcowego zawierającego w 100 ml roztworu 0,05 mg K^+ oraz 0,700 g chlorku sodowego wolnego od potasu.

5.4.17. Oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu

5.4.17.1. Aparatura

a) Pehametr dowolnego typu, umożliwiający wykonanie pomiaru z dokładnością co najmniej do 0,05 pH przy użyciu elektrody szklanej.

b) Elektroda szklana i kalomelowa.

5.4.17.2. Odczynniki. Woda nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-81/C-06500 p. 2.2.72.

5.4.17.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu sodowego, rozpuścić w 95 ml wody wolnej od dwutlenku węgla i wykonać pomiar pH roztworu.

5.4.17.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,1 pH.

5.5. Interpretacje wyników. Wartości liczbowe wymagań i wyniki końcowe oznaczeń należy porównać, stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki azotanu sodowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym między innymi należy podać wyniki przeprowadzonych oznaczeń.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Azotowe im. Pawła Findera w Chorzowie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6191-110

- a) zaktualniono obowiązujące normy związane,
- b) uwzględniono nowe przepisy transportowe,
- c) zmieniono sposób oznaczania potasu z metody kolorymetrycznej na płomieniowo-fotometryczną.

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-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-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-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego
- PN-81/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu
- PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
- PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- 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-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-82/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Główne wymiary
- PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania
- PN-81/O-79781 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Torby z folii polietylenowej zgrzewane
- PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
- BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania
- BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCh do odczynników chemicznych
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo przewozowe (Dz. U. z 1984, nr 53 poz. 272)
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o zabezpieczeniu i ładowaniu kolejowych przesyłek towarowych (Dz. Ti ZK 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. Ti ZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) z późniejszymi zmianami
- Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. z 1963 r. nr 24, poz. 123 oraz z 1968 r. nr 35, poz. 250)
- Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od 15 września 1968 r. (Dz. Ti ZK z 1968 r. nr 20, poz. 84) wraz z późniejszymi zmianami
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej stanowiące Załącznik nr 4 do umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz. Ti ZK z 1966 r. nr 7 po. 35) 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. z 1983 r. nr 67, poz. 301)
- Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID) — Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz. Ti ZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.)
- 4. Normy i zalecenia międzynarodowe**
- RWPG PC CЭB 3262-71 Реактивы. Натрий азотнокислый
- Węgry MSZ 11489-79 Natrium nitrat. Analitikai celókra
- 5. Klasa niebezpieczeństwa.** Azotan sodowy należy do klasy 5.1 l.m. 2501, p. 7a) (RID).
- 6. Symbol wg SWW**
- Azotan sodowy cz.d.a. — 1331-11,
Azotan sodowy cz. — 1331-42.
- 7. Autorzy projektu normy** — inż. Jerzy Szaton, inż. Aleksandra Wartak-Iżycka, Zakłady Azotowe im. P. Findera w Chorzowie.