

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki Azotan potasowy	6191-106
		Zamiast BN-72/6191-106
		Grupa katalogowa 1051

BN-88/6191-106 (eqv CT C3B 1697-79)

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan potasowy ma:

- a) wzór chemiczny KNO_3 ,
- b) masę molową — 101,09 g/mol.

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu potasowego czystego do analizy:

AZOTAN POTASOWY cz.d.a. BN-88/6191-106

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od ilości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki azotanu potasowego:

3. WYMAGANIA

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

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Azotanu potasowego (KNO_3) w substancji wysuszonej, $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,8	99,8
b) Wody, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,2	0,5
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,005
d) Jodanów (JO_3^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	nie normalizuje się
e) Azotynów (NO_2^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,02
g) Fosforanów (PO_4^{3-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0003	0,001
h) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,002
i) Chloranów i nadchloranów (ClO_2^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,005
j) Związków amonowych (NH_4^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,005
k) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,001
l) Wapnia (Ca^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,002
ł) Sodiu (Na^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,005
m) Magnezu (Mg^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,002
n) Metali ciężkich (Pb^{2+}), $\%(m/m)$ nie więcej niż	0,0003	0,0005
o) pH 5% $\%(m/m)$ roztworu	5,5 ÷ 8	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Zakłady Azotowe im. Pawła Findera w Chorzowie
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 15 marca 1988 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1989 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 8/1988, poz. 20)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Pakowanie, przechowywanie i transport azotanu potasowego powinny odbywać się zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje szklane typu POCH dla odczynników chemicznych zgodnie z BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02 z podkładką.

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

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią:

a) skrzynki drewniane wg BN-63/7161-06 służące jako opakowanie produktu w słojach, zamknięte, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1,

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 1,7 m.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych — zgodnie z PN-87/C-80001.

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

- nazwę lub znak wytwórcy,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii, miesiąc i rok produkcji,
- masę netto i brutto,
- okres gwarancji,
- znak niebezpieczeństwa określający materiały utleniające podtrzymujące palenie oraz napis utleniacz — klasa 5.1 RID/ADR,
- znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,
- liczbę warstw ładowania — 6,
- liczbę warstw składowania — 6.

4.3. Przechowywanie. Azotan potasowy w workach papierowych należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i zabezpieczonych przed wilgocią. Okres gwarancji — 2 lata. Nie magazynować razem z substan-

cjami łatwozapalnymi i wybuchowymi. Przechowywać w 6 warstwach.

4.4. Transport. Azotan potasowy jest materiałem niebezpiecznym kl. 5.1 l m. 501 RID oraz kl. 5.1 l m. 2501 ADR i należy go przewozić krytymi środkami transportowymi zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu kolejowego i drogowego¹⁾.

Do środka transportowego układać w 6 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badania	Wymagania wg
a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego	3.1
b) Oznaczanie zawartości azotanu potasowego	3.2a)
c) Oznaczanie zawartości wody	3.2b)
d) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie	3.2c)
e) Oznaczanie zawartości jodanów	3.2d)
f) Oznaczanie zawartości azotynów	3.2e)
g) Oznaczanie zawartości siarczanów	3.2f)
h) Oznaczanie zawartości fosforanów	3.2g)
i) Oznaczanie zawartości chlorków	3.2h)
j) Oznaczanie zawartości chloranów i nadchloranów	3.2i)
k) Oznaczanie zawartości związków amonowych	3.2j)
l) Oznaczanie zawartości żelaza	3.2k)
ł) Oznaczanie zawartości wapnia	3.2l)
m) Oznaczanie zawartości sodu	3.2ł)
n) Oznaczanie zawartości magnezu	3.2m)
o) Oznaczanie zawartości metali ciężkich	3.2n)
p) Oznaczanie pH 5% (m/m) roztworu	3.2o)

5.2. Wielkość partii. Partię produktu w workach papierowych stanowi najwyżej 2000 kg azotanu potasowego 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 liczby opakowań: do trzech z każdego, powyżej trzech z co drugiego. Próbkę należy pobierać próbnikiem 16 wg PN-74/C-60008, w którym element wewnętrzny nie ma przegród. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 500 g.

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono 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 2.4.4, jeżeli w opisie nie podano inaczej.

5.4.2. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy wykonać wizualnie.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

5.4.3. Oznaczanie zawartości azotanu potasowego (KNO₃)

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

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

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Około 4 g drobno roztartego badanego azotanu potasowego suszyć przez około 2 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 z taką samą dokładnością $0,9 \div 1 \text{ g}$ badanego wysuszonego azotanu potasowego. 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 potasowego w wysuszonym odczynniku obliczyć w procentach (X) wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 1,1604 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- a — masa wyprażonego osadu, g,
- m — masa odważki próbki, g,
- 1,1604 — mnożnik przeliczeniowy siarczanu potasowego na azotan potasowy.

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

Zawartość wody obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

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

w którym:

- m — masa odważki próbki, g,
- a — masa próbki po wysuszeniu, g.

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 potasowego, rozpuścić w około 250 ml gorącej wody i postępować dalej wg PN-54/C-04517.

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

dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 2,5 mg.

5.4.6. Oznaczanie zawartości jodanów (JO₃⁻)

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasu, roztwór 10%(m/m).
- Kwas siarkowy ($\rho = 1,83 \text{ g/ml}$), roztwór (1+4).
- Mocznik, roztwór 20%(m/m).
- Roztwór wzorcowy podstawowy jodanu (JO₃⁻) przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.32. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg JO₃⁻.
- Roztwór wzorcowy roboczy jodanu przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.6.1d), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg JO₃⁻.

f) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1%(m/m), świeżo przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.61.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 3,50 g badanego azotanu potasowego, przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego pojemności 25 ml, rozpuścić w 20 ml wody, dodać kolejno 1 ml roztworu mocznika, 1 ml roztworu kwasu siarkowego, 1 ml roztworu skrobi, 1 ml roztworu jodku potasowego, mieszając po dodaniu każdego z odczynników, dopełnić wodą do 25 ml i wymieszać.

Badany azotan potasowy cz.d.a. odpowiada wymaganiom normy, jeżeli niebieskie zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie po 2 min silniejsze niż zabarwienie jednocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników i 0,500 g badanego azotanu potasowego oraz 0,015 mg JO₃⁻.

Badany roztwór należy porównywać na białym tle, patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

5.4.7. Oznaczanie zawartości azotynów (NO₂⁻)

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-86/C-04536 p. 2.3.1 oraz roztwór wzorcowy roboczy azotynu (NO₂⁻) przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg PN-86/C-04536 p. 2.3.1b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg NO₂⁻.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,00 g badanego azotanu potasowego, przenieść ilościowo do cylindra pojemności 50 ml (z doszlifowanym korkiem), rozpuścić w 40 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-86/C-04536 p. 2.3.2. Barwy roztworów należy porównywać na białym tle, patrząc z góry wzdłuż osi cylindrów.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg NO₂⁻,

odczynnika cz. — 0,01 mg NO₂⁻.

5.4.8. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

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

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,00 g badanego azotanu potasowego, 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 zubożniając próbki.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:
odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg SO_4^{2-} ,
odczynnika cz. — 0,4 mg SO_4^{2-} .

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

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

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu potasowego, 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. — 0,015 mg PO_4^{3-} ,
odczynnika cz. — 0,05 mg PO_4^{3-} .

5.4.10. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,50 g badanego azotanu potasowego, 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. — 0,025 mg Cl^- ,
odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- .

5.4.11. Oznaczanie zawartości chloranów i nadchloranów (ClO_3^-)

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

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,00 g badanego azotanu potasowego, przenieść ilościowo do tygla porcelanowego, ogrzewać przez 30 min w temperaturze $650 \div 700^\circ\text{C}$ i ostudzić. Zawartość tygla rozpuścić w $10 \div 15$ 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. — 0,02 mg Cl^- ,
odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^-
i dodatkowo 1,00 g badanego azotanu potasowego.

5.4.12. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

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

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,00 g badanego azotanu potasowego, rozpuścić w 20 ml wody, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, rozcieńczyć wodą do około 40 ml i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04525 p. 2.6 przez wizualne porównanie barw roztworu próbki i porównawczego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 0,05 mg NH_4^+ .

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

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

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

5.4.13.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,00 g badanego azotanu potasowego, 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 potasowy 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+} ,
odczynnika cz. — 0,02 mg Fe^{3+} .

5.4.14. Oznaczanie zawartości wapnia i sodu (Ca^{2+} , Na^+)

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

5.4.14.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan potasowy wolny od wapnia i sodu otrzymany przez co najmniej 3-krotne przekryształizowanie azotanu potasowego cz.d.a. i wysuszenie go do stałej masy w temperaturze 120°C .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}) przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4b). 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Ca^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy wapnia przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.14.2b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotować zawsze świeży. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

d) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+) przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d). 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Na^+ .

e) Roztwór wzorcowy roboczy sodu przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć 5,0 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg 5.4.14.2d), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór należy przygotowywać zawsze świeży. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Na^+ .

5.4.14.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu potasowego, rozpuścić w około 50 ml wody, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojem-

ności 100 ml, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 w sposób wg p. 2.5.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 0,1 mg Ca^{2+} i 0,25 mg Na^+ oraz 5,00 g azotanu potasowego wolnego od wapnia i sodu wg 5.4.14.2a) w 100 ml.

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

5.4.15.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek wapniowy, roztwór przygotowany w następujący sposób: odważyć $2,5 \div 2,6$ g, z dokładnością do 0,001 g, węglanu wapniowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w 105°C , dodać około 100 ml wody, a następnie $6 \div 7$ ml kwasu solnego ($\rho = 1,19$ g/l). Po rozpuszczeniu się węglanu roztwór zagotować, osudzić, zobojętnić przez dodanie kroplami roztworu wodorotlenku sodowego do pH $6 \div 8$ wobec uniwersalnego papierka wskaźnikowego, a następnie dodać $10 \div 12$ ml roztworu wodorotlenku sodowego w nadmiarze, dopełnić wodą do 1 l i wymieszać. Po około 1 h, roztwór przesączyć przez gęsty sączonek jakościowy, a przesącz zobojętnić tym samym kwasem solnym do pH $6 \div 7$ 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 5.4.15.1b), 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), świeży przygotowany i przesączony.

5.4.15.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,00 g badanego azotanu potasowego, przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego pojemności 25 ml, rozpuścić w 10 ml wody, dodać 2 ml roztworu chlorku wapniowego, następnie 0,2 ml roztworu żółcieni tytanowej, wymieszać, dodać 2 ml wodorotlenku sodowego, dopełnić wodą do 25 ml i powtórnie wymieszać.

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

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

odczynnika cz. — 0,02 mg Mg^{2+} .

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

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

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

5.4.16.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu potasowego, 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 zobojętniać badanej próbki przed dodaniem wianu potasowo-sodowego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Pb^{2+} ,

odczynnika cz. — 0,025 mg Pb^{2+} .

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

5.4.17.1. Aparatura — wg PN-77/C-04963 p. 2.2.2; pehametr powinien umożliwić pomiar z dokładnością do 0,05 jednostki pH.

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

5.4.17.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu potasowego, rozpuścić w 95 ml wody wolnej do dwutlenku węgla i wykonać pomiar pH roztworu wg PN-77/C-04963 p. 2.2.6.

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. Interpretacja 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 potasowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Świadectwo wytwórcy o wynikach badań. Dla każdej partii produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy świadectwo z wynikami 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-72/6191-106

a) zaostrożono większość wymagań i dostosowano do wymagań ST SEV 1697-79,

b) dostosowano opisy oznaczeń do wymagań aktualnie obowiązujących norm czynnościowych,

c) zmieniono układ normy,

d) uwzględniono nowe przepisy transportowe.

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

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

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

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

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

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

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. 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-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-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

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. — Prawo przewozowe (Dz. U. z 1984 r. nr 53, poz. 272)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu kolejowych przesyłek towarowych (Dz. TiZK z 1985 r. nr 9, poz. 68)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych — Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV). (Dz. TiZK z 1981 r. nr 15, poz. 119) wraz 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)

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

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

Załącznik A i B do Umowy europejskiej dotyczącej międzynarodowego przewozu drogowego towarów niebezpiecznych (ADR) (Dz. U. PRL nr 35, poz. 189 z 1975 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. PRL z 1983 r. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Normy i zalecenia międzynarodowe

RWPG CT CЭB 1697-79 Реактивы. Калий азотнокислый

Bułgaria BDS 11069-81 Реактивы. Калиев нитрат

NRD TGL 1661 1976 r. Labor- und Feinchemikalien. Kaliumnitrat

Węgry MSZ 24217-82 Kalium-nitrat. Analitikai cèlokra

ZSRR GOST 4217-77 Реактивы. Калий азотнокислый

5. Symbol wg SWW

Azotan potasowy cz.d.a. — 1311-11,

Azotan potasowy cz. — 1331-42.

6. Autorzy projektu normy — inż. Jerzy Szaton, inż. Aleksandra

Wartak-Iżycka, Zakłady Azotowe im. P. Findera w Chorzowie.