

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Odczynniki Fluorek potasowy	6191-49
		Zamiast BN-65/6191-49
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest fluorek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fluorek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny: $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową: 94,13 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki fluorku potasowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia fluorku potasowego czystego do analizy:

FLUOREK POTASOWY cz.d.a. BN-89/6191-49

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fluorek potasowy powinien mieć postać przezroczystych, bezbarwnych kryształów rozpuszczających się na powierzchni, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Fluorku potasowego ($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), % (m/m), nie mniej niż	99	98,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,03
c) Wolnych kwasów (w przeliczeniu na HF), % (m/m), nie więcej niż	0,05	0,1
d) Wolnych alkali (w przeliczeniu na KOH), % (m/m), nie więcej niż	0,05	0,1
e) Chlorków (Cl^-), % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,004
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,05
g) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001

c.d. tabl.1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
h) Metali ciężkich (j. Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,002
i) Krzemu (Si), % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,02

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Fluorek potasowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001, oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym, drogowym dla materiałów niebezpiecznych¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje polietylenowe o wymiarach wg PN-87/O-79021, z nakrętką polietylenową wg PN-87/O-79784. Masa netto: 250, 500, 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

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

- a) znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79251 p. 2.3.9 rys. 11,
- b) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR,
- c) napis „Trucizna”¹⁾ i znak trupy czaszki zgodnie z Rozporządzeniem MZiS, Wykaz A.

4.2.3. Opakowania transportowe

a) Skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne i sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy A i odmiany a.

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w 1 warstwie.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 20 lipca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1989, poz. 25)

b) Palety skrzyniowe z drutu typ UIC. Pojedyncze słoje na paletach należy zabezpieczyć środkiem amortyzującym i układać po 3 warstwy.

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

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

a) nalepkę ostrzegawczą wg wzoru nr 6.1A wg RID/ADR „Materiał szkodliwy”,

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.4 i 2.4.10.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach 800 × 1200 mm EUR wg PN-88/M-78216. Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Fluorek potasowy należy przechowywać w pomieszczeniach suchych, przewiewnych, zgodnie z PN-87/C-80001. Dopuszczalna liczba warstw składowania: dla skrzynek drewnianych 4 warstwy, dla palet skrzyniowych 3 warstwy.

Okres gwarancji — 2 lata.

4.5. Transport. Fluorek potasowy jest materiałem niebezpiecznym klasy 6.1, lm 601, p. 65c, wg RID i kl. 6.1 lm 2601, p. 65c wg ADR.

Opakowany i oznakowany wg 4.2 fluorek potasowy należy przewozić środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania: dla skrzynek drewnianych 3 warstwy, dla palet skrzynkowych 2 warstwy.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości fluorku potasowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2c),
- oznaczanie zawartości wolnych alkali (3.2d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
- oznaczanie zawartości krzemu (3.2i).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047 i w gatunku cz., zgodnie z PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,

d) wielkość próbki ogólnej — równa sumie mas wszystkich próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 100 g.

Tablica 2

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

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas wykonywania badań należy stosować wytyczne zgodnie z PN-81/C-01055.

Do analizy należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równorzędnej czystości.

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

5.3.3. Oznaczanie zawartości fluorku potasowego (KF · 2H₂O)

5.3.3.1. Zasada metody. Fluorek potasowy oznacza się przez alkacymetryczne miareczkowanie równoważnej ilości kwasu fluorowodorowego, wydzielonego na kolumnie jonitowej.

5.3.3.2. Aparatura i przyrządy. Kolumna z polietyleno o średnicy 18 ÷ 20 mm i wysokości roboczej 100 mm, o rozszerzonej górnej części; w dolnej części umieścić siteczko polietylenowe.

5.3.3.3. Odczynniki i roztwory

- Azotan srebra roztwór 2% (m/m) w 10% (m/m) roztworze kwasu azotowego.
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1% (m/m).
- Kationit KU-I lub Ambulit IR-120.
- Kwas azotowy roztwór 10% (m/m).
- Kwas solny o $d=(1,19 \text{ g/ml})$ rozcieńczony w stosunku 1:2.
- Oranż metylowy, wskaźnik roztwór 0,1% (m/m), przygotowany wg PN-81/C-06501.
- Rodanek amonowy, roztwór 10% (m/m).
- Wodorotlenek potasowy roztwór o $c(\text{KOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$.
- Woda destylowana nie zawierająca węglanów przygotowana wg PN-81/C-06500.

5.3.3.4. Przygotowanie kationitu. Kationit odsiać od pyłu i grubych części; stosować kationit o granulacji 0,3 ÷ 1,25 mm. W celu oddzielenia od substancji mineralnych i przeprowadzenia kationitu w formę wodorową należy umieścić go w zlewce, zalać roztworem kwasu solnego i odstawić na 12 h. Następnie roztwór kwasu odlać, a kationit przemyć kilkakrotnie nagrzanym do temperatury 50 ÷ 60°C roztworem kwasu solnego do momentu uzyskania ujemnej reakcji na jony Fe⁺³ (próba z rodankiem amonowym). Następnie kationit odmyć całkowicie wodą od jonów chlorkowych (próba z AgNO₃), odsączyć na sączku Büchnera i przechowywać w słoiku z doszlifowanym korkiem.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3.3.5. Przygotowanie kolumny. Kolumnę z polietylenu napełnić wodą; w tym celu dolny koniec kolumny zanurzyć do wody, górny koniec zamknąć korkiem z rurką szklaną, przez którą zassać wodę. Należy całkowicie pozbyć się banieczek powietrza. Następnie do kolumny wsypać małymi porcjami kationit do wysokości 100 mm. Bezpośrednio przed przepuszczeniem badanego roztworu, kolumnę przemyć wodą do reakcji obojętnej wobec oranżu metylowego. Nadmiar wody zlać pozostawiając nad kationitem warstwę wody $7 \div 10$ mm. Należy uważać, aby podczas pracy w warstwie kationitu nie było banieczek powietrza. Ilość kationitu w kolumnie nadaje się do $12 \div 13$ oznaczeń przy stężeniu roztworu nie wyższym niż 0,1 W.

5.3.3.6. Wykonanie oznaczania. Około 0,3 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce polietylenowej pojemności 100 ml, rozpuścić w 50 ml wody i wymieszać. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo na kolumnę wypełnioną kationitem w formie wodorowej i przepuszczać z prędkością $4 \div 6$ ml/min.

Zlewkę, w której rozpuszczono próbkę badaną przemyć wielokrotnie małymi porcjami wody (łącznie 100 ml) i przenieść ilościowo na kolumnę. Wodę z przemywania przepuszczać przez kolumnę z taką samą szybkością z jaką przepuszczano badany roztwór, przy czym każdą nową porcję wlewać do kolumny wtedy, gdy poprzednia spłynie tak, że nad kationitem pozostanie tylko 1 cm warstwa płynu. Roztwór i wodę z przemywania zbierać do zlewki polietylenowej pojemności 350 ml. Otrzymaną w reakcji wymiany równoważną ilość kwasu fluorowodorowego miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec pięciu kropli roztworu fenoloftaleiny, do pojawienia się nie znikającego różowego zabarwienia.

5.3.3.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość fluorku potasowego (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \left(\frac{V_1 \cdot 0,009413 \cdot 100}{m_1} \right) - X_3 \cdot 4,705 \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wodorotlenku potasowego o $c(\text{KOH}) = 0,100$ mol/l zużytego do miareczkowania, ml,

m_1 — odważka badanego fluorku potasowego, g,

X_3 — zawartość wolnych kwasów (HF) oznaczona wg p. 5.3.5.2, $\%(m/m)$,

4,705 — mnożnik przeliczeniowy HF na $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,

0,009413 — ilość fluorku potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego o $c(\text{KOH}) = 0,1000$ mol/l, g.

5.3.3.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2 $\%(m/m)$.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień fenolowa, roztwór wg PN-81/C-06501 p. 2.2.8.

b) Wodorotlenek sodowy roztwór o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce polietylenowej pojemności 250 ml, rozpuścić w 100 ml wody i dodać $3 \div 4$ kropli roztworu czerwieni fenolowej. Jeżeli wystąpi żółte zabarwienie należy dodać roztwór wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 30 min. Następnie roztwór ochłodzić i przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G-4, wysuszony do stałej masy w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$. Osad na tyglu przemyć 100 ml gorącej wody i wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{A \cdot 100}{10,00} \quad (2)$$

w którym A — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.5. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (w przeliczeniu na HF) i wolnych alkali (w przeliczeniu na KOH)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień fenolowa, roztwór wg PN-81/C-06501 p. 2.2.8.

b) Dwuwodorofosforan potasowy.

c) Kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,050$ mol/l.

d) Wodorofosforan dwusodowy.

e) Wodorotlenek potasowy roztwór o $c(\text{KOH}) = 0,050$ mol/l.

f) Woda destylowana nie zawierająca węglanów przygotowana wg PN-81/C-06500.

g) Roztwór buforowy o pH 7,0 przygotowany w następujący sposób: 11,876 g wodorofosforanu dwusodowego uprzednio przekrystalizowanego z wody i wysuszonego w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym do stałej masy, rozpuścić w wodzie i uzupełnić objętość roztworu wodą do 1 l (roztwór A). 9,078 g potasowego dwuwodorofosforanu potasowego uprzednio przekrystalizowanego z wody i wysuszonego do stałej masy w temperaturze 100°C , rozpuścić w wodzie i uzupełnić objętość roztworu wodą do 1 l (roztwór B). Do 500 ml roztworu A dodać 400 ml roztworu B, dokładnie wymieszać i sprawdzić pH na pehametrze.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody w kolbie pojemności $100 \div 150$ ml, dodać 3 krople roztworu czerwieni fenolowej i wymieszać. Równocześnie przygotować roztwór porównawczy. W tym celu do kolby o takiej samej pojemności wlać 50 ml roztworu buforowego o pH 7, dodać 3 krople roztworu czerwieni fenolowej i wymieszać.

Jeżeli roztwór badany zabarwi się na różowo należy go miareczkować roztworem kwasu solnego.

Jeżeli roztwór badany zabarwi się na żółto, należy go miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego.

W obu przypadkach miareczkowanie należy prowadzić do pojawienia się w roztworze badanym takiego samego zabarwienia jakie ma roztwór porównawczy.

5.3.5.3. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość wolnych kwasów (X_3) w przeliczeniu na HF w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_2 \cdot 0,01004 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

Zawartość wolnych alkali (X_4) w przeliczeniu na KOH w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{V_3 \cdot 0,002805 \cdot 100}{m_2} \quad (4)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu wodorotlenku potasowego o $c(\text{KOH}) = 0,050 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

V_3 — objętość roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,050 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

m_2 — odważka badanego fluorku potasowego, g,

0,01004 — ilość HF odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego o $c(\text{KOH}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g,

0,002805 — ilość KOH odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g.

5.3.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż $0,004\%(m/m)$.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz

a) Kwas borowy, roztwór $3\%(m/m)$.

b) Kwas azotowy, roztwór $1\%(m/m)$.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10 ml roztworu kwasu borowego i 30 ml wody. Jeżeli roztwór jest mętny przesączyć przez sączek przemity gorącym $1\%(m/m)$ roztworem kwasu azotowego, dodać 2 ml $25\%(m/m)$ roztworu kwasu azotowego oraz 1 ml roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 20 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w tych samych warunkach i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg Cl^- .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-81/C-04519 p. 2.3.1 oraz

Kwas borowy, roztwór $3\%(m/m)$.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10 ml roztworu kwasu borowego i 15 ml

wody. Jeżeli roztwór jest mętny, przesączyć przez sączek przemity gorącą wodą i dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 1 h zmętnienie nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego równocześnie w tych samych warunkach i zawierającego te same ilości odczynników oraz

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

dla odczynnika cz. — 0,25 mg SO_4^{2-} .

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

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-81/C-04521/05 p. 4 oraz kwas borowy, roztwór $3\%(m/m)$.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w parownicy platynowej, dodać 20 ml wody i 2 ml kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 2 min. Po ochłodzeniu roztworu dodać 10 ml kwasu borowego i przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 ml. Do roztworu dodać 2 ml kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 ml amoniaku i wymieszać. Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 10 min żółte zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

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

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

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce polietylenowej i rozpuścić w 20 ml wody. Do roztworu dodać 1 ml roztworu winianu sodowo-potasowego, 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego, przenieść do kolby stożkowej pojemności 50 ml, dodać 1 ml roztworu tioacetamidu i wymieszać.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

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

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

5.3.10. Oznaczanie zawartości krzemu (Si)

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek glinowy, roztwór $24\%(m/m)$.

b) Kwas azotowy, roztwór $25\%(m/m)$.

c) Molibdenian amonowy, roztwór $10\%(m/m)$ przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.12.

d) Roztwór wzorcowy zawierający krzem — przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.36 i rozcieńczony wodą w stosunku 10+990. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Si.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce polietylenowej, dodać 20 ml wody,

15 ml roztworu chlorku glinowego i mieszać, aż początkowo powstały osad rozpuści się. Do roztworu dodać 1 ml kwasu azotowego, 3 ml roztworu molibdenianu amonowego, ogrzać do temperatury $50 \div 60^{\circ}\text{C}$ i utrzymać w tej temperaturze przez 5 min. Następnie roztwór oziębować, dodać 25 ml kwasu azotowego i wymieszać. Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Si,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Si.

5.4. Interpretacja wyników. Wartość liczbowa wymagań i wyniki końcowe oznaczeń należy porównywać stosując metodę wg PN-70/N-02120.

5.5. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki fluorku potasowego pobranej wg 5.2 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 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-65/6191-49

- a) zastrzono wymagania jakościowe,
- b) zmieniono metody oznaczania zawartości podstawowego składnika, siarczanów, żelaza, wolnych kwasów i alkalii,
- c) wyeliminowano oznaczanie zawartości siarczynów,
- e) 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 przygotowania próbek
- PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich
- 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-04521/05 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-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-87/O-79784 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Metody badań

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 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. oraz 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

Regulamin do 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

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

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz.U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. o substancjach trujących (Dz.U. nr 22, poz. 116 z 1963 r.)

Rozporządzenie MZ i OS z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz.U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Normy i zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 5474-76 Реактивы. Калий фтористый

ZSRR ГОСТ 20848-75 Реактивы. Калий фтористый

5. Symbol wg SWW:

fluorek potasowy cz.d.a. — 13311-11,

fluorek potasowy cz. — 1331-42.

6. Autor projektu normy — inż. Jadwiga Mateusiak — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.