

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-91
	Odczynniki	6191-40
	Bromek potasowy	Zamiast BN-73/6191-40
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest bromek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Bromek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny KBr,
- b) masę molową 119,01 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia bromku potasowego czystego do analizy:

BROMEK POTASOWY cz.d.a. BN-91/6191-40

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Bromek potasowy powinien być białym, krystalicznym proszkiem, łatwo rozpuszczalnym w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość bromku potasowego (KBr), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,5	98,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02
c) Odczyn pH 5 $\%(m/m)$, roztworu, w granicach	5,5 ÷ 8,5	5 ÷ 8
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,1	0,5
e) Jodków (I), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,1
f) Bromianów (BrO_3^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
g) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,05
h) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
i) Metali ciężkich (j. Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Żelaza (Fe), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
k) Sodiu (Na^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się
l) Wapnia (Ca^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
m) Magnezu (Mg^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,002
n) Baru (Ba^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,01
o) Straty suszenia, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,5	0,5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Bromek 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 dodatkowe 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 zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 28 sierpnia 1991 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 marca 1992 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1991, poz. 26)

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając dodatkowo znak wg PN-76/O-79251 p. 2.4.3.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoí stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy A, odmiany a i rodzaju Z lub skrzynki przegrodowe z tworzyw sztucznych do odczynników chemicznych, wykonane metodą wtrysku z poliolefiu o wymiarach 415x285x260 mm. Pojedyncze słoje należy owijać papierem nie przepuszczającym światła i zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową „Pneumopak” lub innym podobnym 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 lub 450 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm.

Beczki drewniane i bębny z tektury powinny być odporne na narażenia mechaniczne sprawdzane 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 zabezpiecza 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, 2.4.10 i 2.4.14.

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

4.3. Przechowywanie. Bromek potasowy należy przechowywać w krytych, szczelnych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C , wilgotność nie wyższa niż 60%).

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

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Bromek potasowy nie podlega przepisom transportowym RID/ADR. Opakowany wg 4.2 można przewozić dowolnym krytym środkiem transportu wg aktualnie obowiązujących przepisów transportowych¹⁾.

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości bromku potasowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości jodków (3.2e),
- oznaczanie zawartości bromianów (3.2f),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2g),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2h),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2i),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2k), wapnia (3.2l), magnezu (3.2m),
- oznaczanie zawartości baru (3.2n),
- oznaczanie zawartości strat suszenia (3.2o).

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

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać 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	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, a do oznaczeń metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej — wodę redestylowaną.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenieć wizualnie postać i barwę próbki bromku 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 bromku potasowego

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość bromku potasowego oznacza się za pomocą miareczkowania argentometrycznego metodą Volkarda (metodą miareczkowania odwrotnego).

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Ałun żelazowo-amonowy, roztwór nasycony.
- 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 oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 0,5 g próbki bromku potasowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 110°C , przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego i mieszając dodać 50,0 ml roztworu azotanu srebra.

Zawartość kolby mieszać tak długo, aż osad się zbije w kłaczkę, a roztwór nad osadem stanie się przezroczysty.

Następnie dodać 2 ml roztworu alunu żelazowo-amonowego i odmiareczkować nadmiar azotanu srebra mianowanym roztworem tiocyjanianu amonowego do zmiany zabarwienia roztworu.

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

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,011901 \cdot 100}{m_1} - x_2 \cdot 3,356 \quad (1)$$

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 tiocyjanianu amonowego o $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

m_1 — masa odważki próbki bromku potasowego, g,

0,011901 — ilość bromku potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml,

x_2 — zawartość chlorków oznaczona wg 5.4.6, $\%(m/m)$,

3,356 — mnożnik analityczny do przeliczania chlorków na bromek potasowy.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,3%.

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

Próbka bromku 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-77/C-04963 p. 2.2.

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków

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

Nadtlenek wodoru, roztwór 30%(m/m).

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki bromku potasowego z dokładnością do 0,01 g przenieść do kolby pomiarowej pojemności 20 ml, rozpuścić w wodzie, dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Następnie pobrać 1,0 ml tego roztworu, dodać 15 ml roztworu kwasu azotowego oraz 3 ml roztworu nadtlenku wodoru, ogrzać do odbarwienia roztworu.

Objętość roztworu uzupełnić wodą do 40 ml i ogrzewać do całkowitego zaniku zapachu bromu, w razie potrzeby objętość roztworu w trakcie ogrzewania uzupełniać do 40 ml.

Po wystudzeniu roztworu, wykonać oznaczanie zgodnie z 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 jodków

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Benzen lub chloroform.

b) Azotyn potasowy, roztwór 1%(m/m).

c) Kwas siarkowy, roztwór 1%(m/m).

d) Roztwór wzorcowy podstawowy jodków (I), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.33 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego jodków zawiera 1 mg I^- .

e) Roztwór wzorcowy roboczy jodków (I), przygotowany przez rozcieńczenie 1 + 9 roztworu 5.4.7.1d). 1 ml wzorcowego roztworu roboczego jodków zawiera 0,1 mg I^- .

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki bromku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15 ml wody w cylindrze pojemności 25 ml z doszlifowanym korkiem. Do roztworu dodać 0,2 ml roztworu azotynu sodowego i 1 ml roztworu kwasu siarkowego oraz 5 ml benzenu lub chloroformu, wymieszać i silnie wytrząsnąć. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy benzenowej lub chloroformowej powstałe po 5 min w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy benzenowej lub chloroformowej w roztworze porównawczym, przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla gatunku cz.d.a. — 0,2 mg I^- .

dla gatunku cz. — 1,0 mg I^- .

5.4.8. Oznaczanie zawartości bromianów

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy, roztwór 2%(m/m).

b) Kwas siarkowy, roztwór 16%(m/m).

c) Skrobia, roztwór 1%(m/m), przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.134.

d) Roztwór wzorcowy podstawowy bromianów (BrO_3^-), przygotowany wg PN-81/C-06503, p. 2.2.1.11.

1 ml wzorcowego roztworu podstawowego bromianów zawiera 1 mg BrO_3^- .

e) Roztwór wzorcowy roboczy bromianów (BrO_3^-), przygotowany przez rozcieńczenie 1 + 9 roztworu 5.4.8.1d). 1 ml wzorcowego roztworu roboczego bromianów zawiera 0,1 mg BrO_3^- .

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki bromku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 10 ml wody, dodać 1 ml roztworu jodku potasowego, 1 ml roztworu kwasu siarkowego oraz 2 ml roztworu, wymieszać.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min niebieskie zabarwienie w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia w roztworze porównawczym, przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz: dla gatunku cz.d.a. — 0,01 mg BrO_3^- .

5.4.9. Oznaczanie zawartości siarczanów

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

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki bromku 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 bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po upływie 10 min w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zmętnienia w roztworze porównawczym przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla gatunku cz. — 0,50 mg SO_4^{2-} .

5.4.10 Oznaczanie zawartości azotu ogólnego

5.4.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki bromku 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. 2.4.4.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po upływie 10 min w roztworze badanym nie jest intensywniejsze od zabarwienia w roztworze porównawczym przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg N.

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

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.4.5.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki bromku potasowego z dokładnością do 0,01 g, wymieszać w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy,

jeżeli powstałe po upływie 10 min zabarwienie w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia w roztworze porównawczym przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

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

5.4.12. Oznaczanie zawartości żelaza

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

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbki bromku 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. Następnie wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/02 p. 8.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po upływie 30 min w roztworze badanym nie jest intensywniejsze od zabarwienia w roztworze porównawczym przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla gatunku cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.4.13. Oznaczanie zawartości wapnia, magnezu i sodu

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

5.4.13.2. Odczynniki i roztwory

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

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 (5.4.13.2b), 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. 2.2.1.39, 2.2.1.60 i 2.2.1.70.

5.4.13.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

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

¹⁾ Patrz informacje dodatkowe p. 5.

5.4.13.4. 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.

5.4.13.5. 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 (5.4.13.2e), dodać po 1 ml kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

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

Zmierzyć absorbancję magnezu, sodu i wapnia w przygotowanych roztworach w warunkach podanych w p. 5.4.13.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.13.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g próbki bromku potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, przenieść do kolby pomiarowej 100 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego, dopełnić do kreski wodą 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 p. 5.4.13.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenie magnezu, sodu i wapnia w roztworze.

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

$$X_{3, 4} = \frac{a_{1, 2} \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

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

$$X_5 = \frac{a_3 \cdot V_3 \cdot 20 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w których:

- $a_{1, 2, 3}$ — stężenie odpowiednio magnezu, wapnia i sodu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_3 — objętość roztworu A, przygotowanego wg 5.4.13.6, ml,
- m_2 — masa odważki próbki bromku potasowego, g.

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

5.4.14. Oznaczanie zawartości baru

5.4.14.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór 16%(m/m).
- b) Roztwór wzorcowy podstawowy baru (Ba^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.7. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego baru zawiera 1 mg Ba^{2+} .
- c) Roztwór wzorcowy roboczy baru (Ba^{2+}), przygotowany przez rozcieńczenie 1 + 9 roztworu (5.4.14.1b). 1 ml wzorcowego roztworu roboczego baru zawiera 0,1 mg Ba^{2+} .

5.4.14.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,01 g 5 g bromku potasowego dla gatunku cz.d.a. lub 1 g dla gatunku cz., rozpuścić w 20 ml wody, dodać 0,5 ml roztworu kwasu siarkowego.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbką bromku potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po upływie 1 h w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zmętnienia w roztworze porównawczym przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla gatunku cz.d.a. — 0,10 mg Ba^{2+} ,

dla gatunku cz. — 0,10 mg Ba^{2+} .

5.4.15. Oznaczanie strat suszenia. Odważyć około 1 g próbki bromku 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 bromku potasowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki bromku potasowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2. (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii bromku potasowego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-40

- a) zrezygnowano z gatunku ch.cz.
- b) poziom wymagań dostosowano do poziomu firm światowych, w tym:

- podniesiono zawartość głównego składnika dla gatunku cz.d.a. i obniżono zawartość głównego składnika dla gatunku cz.,
- zastrzono poziom wymagań dla zawartości wilgoci,
- zrezygnowano z oznaczania w gatunku cz., zawartości bromianów i azotu ogólnego,
- złączono poziom wymagań dla siarczanów,

- zastrzono poziom wymagań dla chlorków,
- złagodzone poziomy wymagań dla metali ciężkich w gatunku cz.d.a,
- c) zmieniono metodę oznaczania sodu, wapnia i magnezu.

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-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-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu
- PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-81/C-04530/03 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach strąceniowych
- PN-82/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych
- PN-88/C-04970 Odczynniki. Metody oznaczania zawartości wody
- 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 specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowywania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-88/O-79002 Opakowania jednostkowe. Zamknięcia. Terminologia
- PN-89/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-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

BN-84/6414-06 Opakowania transportowe 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.)

Ustawa z dnia 1 lutego 1983 r. Prawo o ruchu drogowym (Dz. U. nr 6, poz. 272 i z 1989 r. nr 35, poz. 192)

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. Symbole wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11

dla gatunku 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 są produkowane przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów WZORMAT, ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa.

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

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