

wycof 1.01.87
13186 p 25
ob. 86/6191-97
6024

UKD 546.33'173-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Odczynniki	6191-97
	Azotyn sodowy	W
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest azotyn sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotyn sodowy ma:

- a) wzór chemiczny - NaNO_2 ,
- b) masę cząsteczkową - 69,00 (1961 r.).

1.2. Normy i dokumenty związane

- PN-56/C-02200 Wymagania techniczne i przepisy analityczne w normach
- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
- PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

¹⁾ Symbole wg SWW: 1331-11 dla odczynnika cz.d.a. oraz 1331-425 dla odczynnika cz.

Ministerstwo Komunikacji. Przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych. Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa 1967

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki azotynu sodowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotynu sodowego czystego do analizy:

AZOTYN SODOWY cz.d.a. BN-70/6191-97
SWW 1331-11

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotyn sodowy ma postać bezbarwnych lub żółtawych higroskopijnych kryształów.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Azotynu sodowego (NaNO_2), %, nie mniej niż	98	96
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,01	0,02
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,015	0,03
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
f) Metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Potasu (K^+), %, nie więcej niż	0,005	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Azotyn sodowy należy pakować po 50 kg do worków z folii polietylenowej o grubości 0,05 mm, wsuniętych do pięciowarstwowych worków

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 23 listopada 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1971 r.
(Mon. Pol. nr 14/1971 poz. 107)

papierowych z jedną wkładką asfaltowaną o wymiarach zgodnych z FN-68/0-79027.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie zgodne z 2.2,
- numer partii,
- datę produkcji,
- masę brutto i netto,
- znak bezpieczeństwa dla materiałów trujących zgodnie z FN-67/0-79252 p. 2.3.5.

Konfekcjonowanie produktu w drobne opakowania przeprowadza dystrybutor azotynu sodowego. Azotyn sodowy przeznaczony do konfekcjonowania należy pakować po 250, 500 lub 1000 g do słoików ze szkła oranżowego zamykanych nakrętką z tworzywa sztucznego z podkładką parafinowaną. Opakowanie i znakowanie konfekcjonowanego azotynu sodowego powinno odpowiadać wymaganiom FN-70/C-80001.

4.2. Przechowywanie. Azotyn sodowy w workach papierowych należy przechowywać w pomieszczeniach suchych. Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 5.

Konfekcjonowany azotyn sodowy należy przechowywać zgodnie z FN-70/C-80001.

4.3. Transport. Azotyn sodowy należy przewozić środkami transportowymi zabezpieczającymi produkt przed opadami atmosferycznymi z zachowaniem wymagań wg 4.2 oraz przepisów dotyczących materiałów klasy IIIc Przepisów Ministerstwa Komunikacji w sprawie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych. Worki z azotynem sodowym należy ustawiać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportowego tak, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań.

- Badania obejmują:
- oznaczanie zawartości azotynu sodowego,
 - oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
 - oznaczanie zawartości chłoków,
 - oznaczanie zawartości siarczanów,
 - oznaczanie zawartości żelaza,
 - oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem,
 - oznaczanie zawartości potasu.

Oznaczanie zawartości potasu powinno być wykonane metodą płomieniowo-fotometryczną lub metodą kolorymetryczną. Oznaczanie metodą płomieniowo-fotometryczną należy wykonać w przypadku analiz rozjemczych.

5.2. Pobieranie próbek. Dla produktu w workach papierowych należy stosować zasady podane w FN-67/C-04500. Próbkę jednostkową należy pobierać z każdego opakowania w partii. Dla produktu konfekcjonowanego należy stosować zasady FN/C-80047.

Z pobranych próbek jednostkowych należy przygotować średnią próbkę laboratoryjną w ilości co najmniej 500 g.

Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną przeznacza się do badań laboratoryjnych, a drugą do badań rozjemczych. Próbkę do badań rozjemczych dla produktu konfekcjonowanego należy przechowywać w ciągu 2 lat, dla produktu w workach - w ciągu 1 miesiąca.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości azotynu sodowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Jodek potasowy cz.d.a.
- Skrobia cz., roztwór 1-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,4 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić, dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ i wymieszać.

Z roztworu pobrać pipetą 25 cm³, przenieść do kolby o pojemności 500 cm³ z doszlifowanym korkiem, rozcieńczyć wodą do około 300 cm³ i dodać z biurety 50 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego. Mieszając roztwór w kolbie dodać szybko 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego i natychmiast kolbę zamknąć a następnie odstawić na około 10 min, mieszając od czasu do czasu jej zawartość.

Po upływie tego czasu dodać do roztworu 3 g jodku potasowego, zamknąć kolbę powtórnie i zostawić w ciemnym miejscu na około 3 min. Wydzielony jod zmieścić w roztworze tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 cm³ roztworu skrobi.

Równocześnie wykonać próbę ślepa przy użyciu tych samych odczynników i w tych samych ilościach.

Zawartość azotynu sodowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00345 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{(V - V_1) \cdot 3,45}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania próby ślepej, cm³,

V₁ - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania próbki, cm³,

m - odważka próbki, g,

0,00345 - ilość azotynu sodowego, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego.

5.3.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą najwyżej o 0,6%.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 50 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić

w około 250 cm³ gorącej wody i postępować dalej wg PN-54/C-04517.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,
dla odczynnika cz. - 5,0 mg.

5.3.3. Oznaczenie zawartości chlorków. Odważyć 5 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić, dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej o pojemności 10 cm³ i wymieszać. Jeśli roztwór nie jest klarowny, to przesączyć przez gęsty sączonek ilościowy, uprzednio przemyty gorącym 1-procentowym roztworem kwasu azotowego oraz gorącą wodą, odrzucając około 10 cm³ pierwszego przesącza.

Z klarownego roztworu pobrać pipetą 10 cm³ i przenieść do wysokiej zlewki pojemności 50 cm³. Do zlewki dodać 10 cm³ wody oraz 2,5 cm³ roztworu kwasu azotowego, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i gotować do całkowitego usunięcia tlenków azotu, tzn. do chwili, gdy wilgotny papierek jodskrobiowy umieszczony w strumieniu pary przestanie się barwić na niebiesko. W czasie gotowania należy uzupełnić wyparowaną wodę tak, aby objętość roztworu nie była mniejsza niż 20 cm³. Wolny od tlenków azotu roztwór ostudzić i postępować dalej wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie w równocześnie przygotowanym roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Cl⁻,
dla odczynnika cz. - 0,1 mg Cl⁻.

5.3.4. Oznaczenie zawartości siarczanów. Z dopełnionego do 100 cm³ roztworu wg 5.3.3 lub klarownego przesącza odmierzyć pipetą 20 cm³, dodać 2 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego i odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha. Do suchej pozostałości dodać 10 cm³ wody oraz 2 cm³ tego samego roztworu kwasu solnego i powtórzyć odparowanie do sucha. Pozostałość rozpuścić w około 20 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 15 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie w równocześnie przygotowanym roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,15 mg SO₄²⁻,
dla odczynnika cz. - 0,3 mg SO₄²⁻.

5.3.5. Oznaczenie zawartości żelaza. Odważyć 1 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 10 cm³ wody, dodać 1,5 g chlorku amonowego i odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha.

Pozostałość po odparowaniu rozpuścić ponownie w 10 cm³ wody i powtórzyć odparowanie. Suchą pozostałość w 20 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.5.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie jest silniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Fe³⁺.

5.3.6. Oznaczenie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem. Odważyć 5 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do szklanej lub porcelanowej parowniczkii, rozpuścić w 25 cm³ wody, dodać 5 g chlorku amonowego, nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej do zakończenia burzliwej reakcji. Następnie opłukać wodą szkiełko zegarkowe, usunąć je i odparować zawartość parownicy do sucha. Spłukać ścianki parownicy około 10 cm³ wody i powtórzyć odparowanie do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 30 cm³ wody, a jeśli roztwór nie jest klarowny przesączyć go przez gęsty sączonek ilościowy i następnie wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po 10 min nie będzie silniejsze niż zabarwienie równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 5 g chlorku amonowego i te same ilości pozostałych odczynników oraz dla:

odcynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb²⁺,

odcynnika cz. - 0,05 mg Pb²⁺.

5.3.7. Oznaczenie zawartości potasu metoda płomieniowo-fotometryczna. Odważyć 5 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić, dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej o pojemności 10 cm³, wymieszać a następnie wykonać oznaczenia wg PN-68/C-04953 p. 2.5 lub 2.6.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wynik pomiaru nie będzie wyższy od wyniku pomiaru roztworu wzorcowego, zawierającego w 100 cm³ roztworu:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,25 mg K⁺,

dla odczynnika cz. - 0,50 mg K⁺.

5.3.8. Oznaczenie zawartości potasu metoda kolorymetryczna

5.3.8.1. Aparatura. Wirówka laboratoryjna o 1500 ÷ 3000 obr./min oraz próbki do wirowania o pojemności 25 cm³ ze stożkową dolną częścią i kreską ograniczającą objętość 20 cm³.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol izopropylowy cz.d.a.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Azotynkobaltan sodowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

d) Alkohol etylowy cz.d.a., roztwór 50-procentowy.

e) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n oraz 25-procentowy.

f) Octan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

g) Nitrozo-R sól cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.

h) Wzorcowy roztwór potasu, przygotowany w następujący sposób: wysuszyć azotan potasowy cz.d.a. do stałej masy, odważyć 2,5856 g z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie, dopełnić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ wodą do kreski i wymieszać. Przygotowany roztwór rozcieńczyć wodą w stosunku 1÷3.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorca zawiera 0,25 mg K⁺.

5.3.8.3. Przygotowanie roztworu do wzorca. Odważyć 6,25 ÷ 6,5 g badanego azotynu sodowego, rozpuścić w 5 cm³ wody i 6 cm³ roztworu azotanu srebra, dodać 1 cm³ alkoholu izopropylowego oraz 3 cm³ roztworu azotynokobaltanu sodowego, a następnie całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej z korkiem o pojemności 25 cm³, dopełnić wodą do kreski i zamknąć kolbę korkiem.

Zawartość kolby wytrząsać energicznie przez 2 min i odstawić w ciemne miejsce o temperaturze pokojowej na 30 min. Po upływie tego czasu przesączyć roztwór z kolby przez mały, suchy, gęsty sącdek do suchego naczynia. Jeśli przesącz jest mętny, należy sączenie przez ten sam sącdek powtarzać, aż do uzyskania klarownego przesącza.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 5 g badanego azotynu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść ilościowo do próbki do wirowania, dodać 5 cm³ wody, 5 cm³ roztworu azotynu srebra, 1 cm³ alkoholu izopropylowego, zamknąć próbkę gumowym korkiem i wytrząsać jej zawartość do całkowitego rozpuszczenia się azotynu sodowego. Po usunięciu korka opłukać go oraz ścianki próbki małą ilością wody i dopełnić roztwór w próbce wodą do 20 cm³. Do próbki dodać 2,5 cm³ roztworu azotynokobaltanu sodowego, wymieszać dobrze jej zawartość cienkim przecikiem szklanym, wytrzeć jej brzegi kawałkiem bibuły i odstawić na 30 min w ciemne miejsce o temperaturze pokojowej. Po upływie tego czasu umieścić próbkę w wirówce, wirować przez 10 min z prędkością co najmniej 1500 obr/min i zlewarować ostrożnie roztwór z osadu.

Przemyć osad oraz ścianki próbki 5 cm³ roztworu alkoholu etylowego, a następnie odwirować i

zlewarować jak poprzednio. Przemycanie porcjami 5 cm³ roztworu alkoholu należy powtórzyć jeszcze dwa razy. Po ostatnim odwirowaniu i zlewarowaniu roztworu rozpuścić osad w próbce 20 cm³ gorącego, 1n roztworu kwasu solnego, roztwór ostudzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Równoległe z badaną próbką przygotować roztwór porównawczy. W tym celu pobrać pipetą 20 cm³ klarownego roztworu do wzorca, umieścić go w próbce do wirowania, dodać 1 cm³ roztworu azotynokobaltanu sodowego oraz roztworu wzorcowego potasu w ilości:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,25 mg K⁺,

dla odczynnika cz. - 0,50 mg K⁺.

Zawartość próbki wymieszać cienkim przecikiem szklanym i postępować dalej w identyczny sposób jak z badaną próbką do dopełnienia w kolbie pomiarowej o pojemności 100 cm³ włącznie. Do dwóch zlewek odmierzyć pipetą po 10 cm³ roztworu próbki i porównawczego, dodać po 15 cm³ roztworu octanu sodowego oraz po 5 cm³ roztworu soli nitrozo-R, gotować około 1 min, trochę ostudzić, dodać po 5 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego, gotować jeszcze około 1 min i ostudzić do temperatury pokojowej. Obydwa roztwory przenieść ilościowo do dwóch takich samych cylindrów kolorymetrycznych o pojemności 50 cm³, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i porównać zabarwienia w świetle przechodzącym na białym tle, patrząc wzdłuż osi cylindrów.

Zabarwienia roztworów można również porównać przy użyciu fotokolorymetru i światła o długości fali 500 ÷ 520 nm.

Badany azotyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego.

5.3.9. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-56/C-02200.

5.3.10. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki azotynu sodowego pobranej wg 5.2 odpowiadają wymaganiom podanym w 3.2.

5.3.11. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany przedstawić zaświadczenie o wynikach przeprowadzonych badań dla każdej partii wysyłkowej azotynu sodowego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6191-97

1. Odpowiedniki w normach zagranicznych

CSRS ČSN 68 4469 Čiste chemikálie a činidla. Dusitan sodný, ZSRR GOST 4197-66.

2. Mniejsza norma zastępuje ZN-55/MPCh/05-345.

BN-70/6191-97 Odczynniki. Azotyn sodowy
X 51

zmiana 1
6.12.79 r.

W punkcie **5.3.1** i **5.3.8**, zamiast: n, powinno być: N.

(Biuletyn PKNM1J nr 4/80 poz. 27)