

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Odczynniki	6191-110
	Azotan sodowy	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Azotan sodowy ma:

- a) wzór chemiczny NaNO_3 ,
- b) masę cząsteczkową 85,00 (1961).

1.2. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki azotanu sodowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu sodowego czystego do analizy:

AZOTAN SODOWY cz.d.a. BN-72/6191-110

3. WYMAGANIA

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

¹⁾ Symbol SWW dla odczynnika:

cz.d.a. — 1331-111,

cz. — 1331-425.

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia” dnia 15 grudnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1973 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1973 poz. 26)

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

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

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Azotan sodowy należy pakować po 50 kg w worki z folii polietylenowej grubości 0,05 mm wg BN-70/6414-06 wsunięte do otwartych klejonych worków papierowych pięciowarstwowych z jedną wkładką asfaltowaną wg PN-70/P-79005, o wymiarach 1100×550×200 mm, zamykanych sposobem zawijania zgodnie z PN-63/O-79027.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania uzgodniony między dostawcą a odbiorcą, zabezpieczający jakość produktu w stopniu nie mniejszym

niż poprzednio podane opakowanie mający wymiary zgodne z zasadami PN-64/O-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie zgodne z 2.2,
- c) nr partii,
- d) datę produkcji,
- e) masę brutto i netto,
- f) znak niebezpieczeństwa dla produktów silnie utleniających się wg PN-67/O-79252 p. 2.3.4.

Konfekcjonowanie produktów w drobne opakowania przeprowadza dystrybutor azotanu sodowego. Azotan sodowy przeznaczony do konfekcjonowania należy pakować po 100, 250, 500 lub 1000 g do słoików szklanych, zamykanych nakrętką z podkładką polietylenową. Opakowanie i znakowanie konfekcjonowanego azotanu sodowego powinno być zgodne z wymaganiami wg PN-70/C-80001.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.

W przypadku stosowania paletyzacji do formowania jednostek ładunkowych należy używać palet ładunkowych o wymiarach 800×1200 mm. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesunięciem się lub zdeformowaniem.

4.3. Przechowywanie. Azotan sodowy w workach papierowych należy przechowywać w suchych pomieszczeniach. Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 5. Nie magazynować razem z substancjami łatwopalnymi i wybuchowymi.

Konfekcjonowany azotan sodowy należy przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

4.4. Transport. Azotan sodowy należy przewozić krytymi środkami transportowymi zabezpieczającymi produkt przed opadami atmosferycznymi z zachowaniem wymagań wg 4.2 i przepisów Ministerstwa Komunikacji w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych klasy IIIc na drogach publicznych¹⁾.

Worki z azotanem 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

- a) oznaczanie zawartości azotanu sodowego w przeliczeniu na suchą substancję (3.2 a)
- b) oznaczanie zawartości wody (3.2 b)
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 c)
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2 d)
- e) oznaczanie zawartości chloranów i nadchloranów (3.2 e)
- f) oznaczanie zawartości azotynów (3.2 f)

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

- g) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2 g)
- h) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2 h)
- i) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2 i)
- j) oznaczanie zawartości żelaza (3.2 j)
- k) oznaczanie zawartości wapnia (3.2 k)
- l) oznaczanie zawartości magnezu (3.2 l)
- m) oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2 m)
- n) oznaczanie zawartości potasu (3.2 n)
- o) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2 o).

5.2. Pobieranie próbek. Dla produktu w workach papierowych należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Próbkę jednostkową należy pobierać z każdego opakowania w partii. Dla produktu konfekcjonowanego należy stosować zasady wg PN-70/C-80047.

Z pobranych próbek jednostkowych należy przygotować średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1 kg. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną przeznaczają się do badań laboratoryjnych, a drugą do badań rozjemczych. Próbkę produktu konfekcjonowanego do badań rozjemczych należy przechowywać 2 lata, a produktu w workach 1 miesiąc.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości azotanu sodowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Węglan amonowy cz.d.a.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. W tyglu porcelanowym wyprażonym do stałej masy w temperaturze $600 \div 700^{\circ}\text{C}$ i zważonym z dokładnością do 0,0002 g odważyć 1 g badanej próbki z taką samą dokładnością. Dodać do tygla $3 \div 4 \text{ cm}^3$ roztworu 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 do niego $0,1 \div 0,2 \text{ g}$ węglanu amonowego w drobnych kawałkach, nakryć tygiel przykrywą, ogrzewać w temperaturze około 80°C do całkowitego rozkładu węglanu amonowego, usunąć przykrywkę i wyprażyć w temperaturze $600 \div 700^{\circ}\text{C}$. Dodawanie węglanu amonowego i prażenie powtarzać do uzyskania stałej masy.

Zawartość azotanu sodowego w przeliczeniu na suchą substancję (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 1,1968 \cdot 100}{m} \cdot \frac{100}{(100 - X_2)} = \frac{m_1 \cdot 1,1968}{m(100 - X_2)} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — masa wyprażonego osadu, g,
- 1,1968 — mnożnik przeliczeniowy siarczanu sodowego na azotan sodowy,
- m — odważka próbki, g,
- X_2 — zawartość wody w badanym azotanie sodowym oznaczona wg 5.2.2.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą najwyżej o 0,2%.

5.3.2. Oznaczanie zawartości wody. W wysuszo-nym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,002 g szerokim naczyniu wagowym odważyć 5 g badanej próbki z taką samą dokładnością i ogrzewać w suszarce w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość wody (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- m — odważka próbki, g,
- m_1 — masa próbki po wysuszeniu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą najwyżej o 0,2%.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 50 g badanej próbki z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w około 250 cm^3 gorącej wody i postępować dalej wg PN-54/C-04517.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza dla odczynnika:

- cz.d.a. — 2,5 mg,
- cz. — 5 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w około 15 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany azotan 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. — 0,01 mg Cl^- ,
- cz. — 0,1 mg Cl^- .

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

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do tygla porcelanowego, ogrzewać przez 30 min w temperaturze $650 \div 700^{\circ}\text{C}$ i ostudzić. Zawartość tygla rozpuścić w $10 \div 15 \text{ cm}^3$ wody, a jeżeli roztwór jest mętny, przesączyć go.

Klarowny roztwór zobojętnić wobec papierka lakmusowego 25-procentowym roztworem kwasu azotowego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany azotan 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. — 0,03 mg Cl^- ,
cz. — 0,06 mg Cl^-

i dodatkowo 1 g badanego azotanu sodowego, odważonego z dokładnością do 0,001 g.

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotynów (NO_2^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik Griessa przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.25.

b) Roztwór wzorcowy azotynu przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.6 w rozcieńczeniu $1 + 99$. Roztwór należy przygotować zawsze świeży.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NO_2^- .

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,5 g badanej próbki gatunku cz.d.a. lub 1 g gatunku cz. z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 40 cm^3 wody, dodać 1 cm^3 odczynnika Griessa i wymieszać.

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

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do szklanej lub porcelanowej parowniczkii, dodać 10 cm^3 roztworu 25-procentowego kwasu solnego i odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha. Następnie dodać 5 cm^3 tego samego kwasu i odparowanie do sucha powtórzyć. Suchą pozostałość rozpuścić w około 20 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany azotan 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. — 0,06 mg SO_4^{2-} ,
cz. — 0,4 mg SO_4^{2-} .

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

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15 cm^3 wody przez słabe ogrzewanie, ostudzić do temperatury pokojowej i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze niż zabarwienie równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika:

cz.d.a. — 0,01 mg PO_4^{3-} ,
cz. — 0,05 mg PO_4^{3-} .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.2.

Badany azotan 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. — 0,025 mg Pb^{2+} ,
cz. — 0,05 mg Pb^{2+} .

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

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 20 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.4 lub 2.5.5.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli czerwone zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze niż zabarwienie równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika:

cz.d.a. — 0,004 mg Fe^{3+} ,
cz. — 0,02 mg Fe^{3+} .

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

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd cz.d.a., roztwór 0,02-procentowy, świeżo przygotowany i przesączony.

b) Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.53, w rozcieńczeniu 1 + 99. Roztwór należy przygotować zawsze świeżo.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 1n.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,5 g próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić i dopełnić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 do kreski a następnie wymieszać.

Z tak przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą przy badaniu azotanu sodowego cz.d.a. 20 cm^3 , zaś przy badaniu azotanu sodowego cz. 10 cm^3 i uzupełnić tę objętość wodą do 20 cm^3 . Do roztworu próbki dodać 1 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, następnie 1 cm^3 roztworu mureksydu i wymieszać.

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

Dopełniony do 100 cm^3 roztwór 2,5 g badanej próbki zachować do oznaczania zawartości soli amonowych wg p. 5.2.13.

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

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy magnezu przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.30, w rozcieńczeniu 1 + 99. Roztwór należy przygotować zawsze świeżo.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 30-procentowy, wolny od węglanów, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.35. Roztwór przechowywać w zamkniętym naczyniu polietylenowym.

c) Żółcień tytanowa cz., roztwór 0,5-procentowy, świeżo przygotowany i przesączony.

d) Chlorek wapniowy, roztwór: odważyć 2,5 ÷ 2,6 g węglanu wapniowego cz.d.a. uprzednio wysuszonego do stałej masy w 105°C, dodać około 100 cm^3 wody, a następnie powoli 6 ÷ 7 cm^3 kwasu solnego (1,18) cz.d.a. Po rozpuszczeniu się węglanu zagotować, ostudzić, zubożyć przez dodanie kroplami 30-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego do pH 6 ÷ 8 wobec uniwersalnego papierka wskaźnikowego, a następnie dodać 10 ÷ 12 cm^3 roztworu wodorotlenku w nadmiarze, dopełnić wodą do 1 dm^3 i wymieszać. Po około 1 godz roztwór przesączyć przez gęsty sączek ja-

kościowy a przesącz zubożyć tym samym kwasem solnym do pH 6 ÷ 7 wobec papierka wskaźnikowego.

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g badanej próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 2 cm^3 roztworu chlorku wapniowego, następnie 0,2 cm^3 roztworu żółcień tytanowej, wymieszać, dodać 2 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i powtórnie wymieszać.

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

cz.d.a. — 0,01 mg Mg^{2+} ,

cz. — 0,03 mg Mg^{2+} .

5.3.13. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04525 p. 2.3.

5.3.13.2. Wykonanie oznaczania. Z roztworu przygotowanego do oznaczania zawartości wapnia wg p. 2.5.11.2 odmierzyć pipetą 20 cm^3 , rozcieńczyć wodą do objętości 48 cm^3 i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04525.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie powstałe w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsze niż zabarwienie równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,01 mg NH_4^+ .

5.3.14. Oznaczanie zawartości potasu metodą płomieniowo-fotometryczną¹⁾

5.3.14.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04953 p. 2.5 lub 2.6.

5.3.14.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,00 g badanego azotanu sodowego, rozpuścić i dopełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 do kreski, wymieszać, a następnie wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 p. 2.5 lub 2.6.

Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wynik pomiaru nie będzie wyższy od wyniku pomiaru roztworu wzorcowego zawierającego 0,25 mg potasu w 100 cm^3 roztworu.

5.3.15. Oznaczanie zawartości potasu metodą kolorymetryczną¹⁾

5.3.15.1. Aparatura. Wirówka laboratoryjna o 1500 ÷ 3000 obrotów na 1 min oraz próbówki do wirowania pojemności 25 cm^3 z stożkową dolną częścią i kreską ograniczającą objętość 20 cm^3 .

¹⁾ Oznaczanie zawartości potasu powinno być wykonane metodą płomieniowo-fotometryczną wg 5.2.14 lub metodą kolorymetryczną wg 5.2.15. Oznaczanie metodą płomieniowo-fotometryczną należy wykonać w przypadku analiz rozjemczych.

5.3.15.2. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol izopropylowy cz.d.a.
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Azotynokobaltan 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. Wsuszyć azotan potasowy cz.d.a. do stałej masy, odważyć 2,5856 g z dokładnością 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 wzorcowego zawiera 0,25 mg K⁺.

5.3.15.3. Przygotowanie roztworu (A) do sporządzania roztworu porównawczego (B). Odważyć $6,25 \div 6,5$ g badanego azotanu 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 pojemności 25 cm³ z korkiem, dopełnić wodą do kreski i zamknąć kolbę korkiem. Zawartość kolby wytrząsać energicznie przez 2 min i odstawić kolbę w ciemne miejsce o temperaturze pokojowej na 30 min. Po upływie tego czasu przesączyć roztwór z kolby przez mały, suchy, gęsty sączonek do suchego naczynia. Jeżeli przesącz jest mętny, należy sączenie przez ten sam sączonek powtarzać, aż do uzyskania klarownego przesączu, który należy zachować, a sączonek z ewentualnym osadem odrzucić.

5.3.15.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g badanego azotanu sodowego z dokładnością do 0,1 g, przenieść ilościowo do próbki do wirowania, dodać 5 cm³ wody, 5 cm³ roztworu azotanu srebra, 1 cm³ alkoholu izopropylowego, zamknąć próbkę gumowym korkiem i wytrząsać jej zawartość do całkowitego rozpuszczenia się azotanu sodowego. Po usunięciu korka popłukać 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 pręcikiem szklanym, wytrzeć czysto 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 szybkością co najmniej 1500 obrotów na 1 min i zlewarować ostrożnie roztwór z nad osadu. Przemyć osad oraz ścianki próbki

za pomocą 5 cm³ roztworu alkoholu etylowego, a następnie odwirować i zlewarować jak poprzednio. Przemywanie porcjami 5 cm³ roztworu alkoholu należy powtórzyć jeszcze dwa razy. Po ostatnim odwirowaniu i zlewarowaniu roztworu rozpuścić osad w próbce za pomocą 20 cm³ gorącego 1n kwasu solnego, roztwór ostudzić, przemieścić ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Równolegle z badaną próbką przygotować roztwór porównawczy (B). W tym celu pobrać pipetą 20 cm³ klarownego roztworu (A) przygotowanego wg 5.3.15.3, umieścić go w próbce do wirowania, dodać 1 cm³ roztworu azotynokobaltanu sodowego oraz 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego potasu zawierającego 0,25 mg K⁺ w 1 cm³. Zawartość próbki wymieszać cienkim pręcikiem szklanym i postępować dalej w identyczny sposób jak z badaną próbką do dopełnienia w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ włącznie. Z dopełnionych roztworów próbki i porównawczego pobrać pipetą po 10 cm³, przenieść do 2 zlewek, dodać po 15 cm³ roztworu octanu sodowego oraz po 5 cm³ roztworu nitrozo-R-soli, gotować 1 min, trochę ostudzić, dodać po 5 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego, gotować jeszcze 1 min i ostudzić do temperatury pokojowej. Obydwa roztwory przenieść ilościowo do dwóch takich samych cylindrów kolorymetrycznych pojemności 50 cm³, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i porównać zabarwienie w świetle przechodzącym na białym tle, patrząc wzdłuż osi cylindrów. Zabarwienie roztworów można również porównać przy użyciu fotokolorymetru i światła o długości fali $500 \div 520$ nm. Badany azotan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego.

5.3.16. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu

5.3.16.1. Odczynniki. Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.

5.3.16.2. Aparatura

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

b) Elektroda szklana i kalomelowa.

5.3.16.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,005 g, rozpuścić w 95 cm³ wody wolnej od dwutlenku węgla i wykonać pomiar pH roztworu.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się pomiędzy sobą najwyżej o 0,1 pH.

5.3.17. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120.

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

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6191-110

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-80259

a) podwyższono wymagania dla fosforanów, żelaza i wapnia oraz złagodzono wymagania dla azotynów w gatunku cz.d.a. wg aktualnych możliwości producenta,

b) obniżono wymagania dotyczące zawartości jodanów, które nie występują w azotanie sodowym, otrzymywanym obecnie stosowaną metodą produkcji,

c) wprowadzono dodatkowe wymagania dotyczące dopuszczalnej zawartości wody oraz pH roztworu.

Dotychczas obowiązująca PN-64/C-80259 zostaje unieważniona z dniem 30 czerwca 1973 r.

2. Zalecenia międzynarodowe i odpowiedniki w normach zagranicznych

RWPG PC 3262-71 Реактивы. Натрий азотнокислый

CSRS ČSN 68 4442 Ciste chemikalie a cinidla, Dusionan sodny

Węgry MSZ 11489-62 Natriumnitrat analitikal celokra

ZSRR ГОСТ 4168-66 Реактивы. Натрий азотнокислый

3. **Przepisy związane z transportem.** Przepisy bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych. Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa 1967.

71 **BN-72/6191-110 Odczynniki. Azotan sodowy**
X 51

zmiana 1
6.12.79 r.

W punkcie 5.3, zamiast: n, powinno być: N, zamiast: godz, powinno być: h.

(Biuletyn PKNMiJ nr 4/80 poz. 27)