

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-91
	Odczynniki		6191-119
	Siarczan żelazawy uwodniony		Zamiast BN-73/6191-119
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan żelazawy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny. Siarczan żelazawy uwodniony ma:

- a) wzór chemiczny $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- b) masę molową 278,02 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki siarczanu żelazawego uwodnionego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu żelazawego uwodnionego czystego do analizy:

SIARCZAN ŻELAZAWY UWODNIONY cz.d.a.
BN-91/6191-119

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan żelazawy uwodniony powinien być substancją stałą, krystaliczną barwy zielononiebieskiej, łatwo rozpuszczalną w wodzie, wietrzącą na powietrzu na biały proszek, pod wpływem wilgoci i powietrza pokrywającą się brunatnożółtą warstwą zasadowego siarczanu żelazowego.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość siarczanu żelazawego uwodnionego ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	99,0	95,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,01	0,02
c) Odczyn pH 5%(<i>m/m</i>) roztworu, w granicach	3-4	3-4
d) Chlorków (Cl^-), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,001	0,01
e) Fosforanów (PO_4^{3-}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się

cd. tabl. 1.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Azotu ogólnego (N), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
g) Żelaza (Fe^{3+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,025	0,2
h) Arsenu (As^{3+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0002	0,0005
i) Miedzi (Cu^{2+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0025	0,005
j) Ołowiu (Pb^{2+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	0,010
k) Manganu (Mn^{2+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,05	0,1
l) Cynku (Zn^{2+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	0,05
m) Sodiu (Na^+), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,01	nie normalizuje się
n) Potasu (K^+), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
o) Wapnia (Ca^{2+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,01	nie normalizuje się
p) Magnezu (Mg^{2+}), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Siarczan żelazawy uwodniony 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, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego wg PN-88/O-79002 wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo powinny być zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

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

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)

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.

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

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoików 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 poliolefni o wymiarach 415×285×260 mm. Pojedyncze słoiki należy 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 sprawdzone 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, i 2.4.10.

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

4.3. Przechowywanie. Siarczan żelazawy uwodniony należy przechowywać w krytych, suchych 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.

Termin ważności wynosi 6 miesięcy, licząc od daty produkcji.

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

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości siarczanu żelazawego (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 fosforanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2h),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2i), ołowiu (3.2j),
- oznaczanie zawartości manganu (3.2k), cynku (3.2l),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2m), potasu (3.2n), wapnia (3.2o), magnezu (3.2p).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg siarczanu żelazawego uwodnionego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobrać 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.

Ważenie do stałej masy należy interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenę wizualnie postać i barwę próbki siarczanu żelazawego uwodnionego zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości siarczanu żelazawego uwodnionego

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość siarczanu żelazawego uwodnionego oznacza się manganometrycznie. Jony żelazawe utleniają się w środowisku kwasu siarkowego nadmanganianem potasowym do jonów żelazowych. Do reakcji dodaje się kwasu ortofosforowego, który wiąże jony żelazowe w bezbarwny kompleks.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

W punkcie równoważnikowym roztwór zmiareczkowany zabarwia się na różowo od jednej kropli roztworu nadmanganianu potasowego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas ortofosforowy, $q(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1,7 \text{ g/ml}$.
- b) Kwas siarkowy, $q(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.
- c) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.9.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g próbki siarczanu żelazawego uwodnionego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozpuścić w 100 ml przegotowanej wody. Następnie dodać 5 ml kwasu siarkowego i 2 ml kwasu ortofosforowego i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do pojawienia się trwałego różowego zabarwienia.

Jednocześnie należy przygotować ślepą próbę zawierającą takie same odczynniki i w takiej samej ilości jak w próbie badanej, bez dodawania próbki siarczanu żelazawego uwodnionego.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość siarczanu żelazawego uwodnionego (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,0278 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_2 — objętość mianowanego roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania badanego roztworu, ml,

V_1 — objętość mianowanego roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,

m_1 — masa odważki próbki siarczanu żelazawego, g,

0,0278 — ilość siarczanu żelazawego uwodnionego odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

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 30 g próbki siarczanu żelazawego uwodnionego, rozpuścić w 300 ml wody zakwaszonej 3 ml kwasu siarkowego ($q(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$). Roztwór ogrzewać

przez 1 h na łaźni wodnej. Dalej prowadzić oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Próbka siarczanu żelazawego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa substancji nierozpuszczalnych w wodzie nie przekracza

dla gatunku cz.d.a. — 3 mg,

dla gatunku cz. — 6 mg.

5.4.5. Oznaczanie odczynu pH $\%(m/m)$ roztworu należy wykonać zgodnie z 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.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki siarczanu żelazawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody. Do roztworu dodać 8 ml roztworu kwasu azotowego i ogrzewać do ukazania się brunatnych dymów tlenków azotu. Po zakończeniu reakcji roztwór grzać do wrzenia i gotować przez 2 min, po czym ochłodzić i jeżeli zachodzi potrzeba przesączyć przez sączek, przygotowany zgodnie z PN-82/C-04518 p. 2.2.

Do przesączu dodać 1 ml roztworu azotanu srebra i dopełnić objętość roztworu do objętości 50 ml.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka siarczanu żelazawego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie badanego roztworu jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,2 mg Cl^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości fosforanów

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek cynawy, roztwór 2 $\%(m/m)$ w stężonym kwasie solnym.

b) Eter etylowy.

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

d) Kwas solny, roztwory 5 $\%(m/m)$ i 25 $\%(m/m)$.

e) Molibdenian amonowy, roztwór 10 $\%(m/m)$.

f) Roztwór wzorcowy podstawowy fosforanów (PO_4^{3-}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.27. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego fosforanów zawiera 1 mg PO_4^{3-} .

g) Roztwór wzorcowy roboczy fosforanów (PO_4^{3-}), otrzymany przez rozcieńczenie wodą (1 + 99) roztworu (5.4.7.1f). 1 ml wzorcowego roztworu roboczego fosforanów zawiera 0,01 mg PO_4^{3-} .

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki siarczanu żelazawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w wodzie z dodatkiem 1 ml kwasu azotowego, dodać 5 ml roztworu molibdenianu amonu, doprowadzić odczyn roztworu do pH 1,8 roztworem kwasu solnego i grzać do wrzenia. Po oziębieniu dodać 10 ml roztworu kwasu solnego (25%) i ekstrahować eterem etylowym. Warstwę eterową oddzielić, przemyć 5 $\%(m/m)$ roztworem kwasu solnego i dodać 0,2 ml roztworu chlorku cynawego.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka siarczanu żelazawego uwodnionego odpowiada wyma-

ganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy eterowej powstałe w roztworze badanym jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowane jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,010 mg PO_4^{3-}

5.4.8. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2 g próbki siarczanu żelazawego uwodnionego 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.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę siarczanu żelazawego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po upływie 10 min w roztworze badanym jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,020 mg N.

5.4.9. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/03.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,01 g próbki siarczanu żelazawego z dokładnością do 0,001 g, dodać 1 ml roztworu kwasu solnego, 2 mg roztworu tioocjanianu amonowego i 17 ml świeżo przygotowanej wody.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę siarczanu żelazawego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po upływie 2 min w roztworze badanym jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg Fe^{3+} ,

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

5.4.10. Oznaczanie zawartości arsenu

5.4.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3 oraz:

Dwuetylodwutiokarbaminian srebrowy (Ag — DDTK), roztwór. Rozpuścić 1 g Ag-DDTK odważonego z dokładnością do 0,01 g w 150 ml chloroformu, dodać 2 g etanoloaminy, dopełnić do objętości 200 ml chloroformem i wymieszać. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

Roztwór jest trwały przez około 2 tygodnie.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki siarczanu żelazawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 30 ml i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04511 p. 2.4.6, używając zamiast roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu srebrowego wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3d) roztwór dwuetylodwutiokarbaminianu srebrowego wg 5.4.11.1.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę siarczanu żelazawego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia powstałego w roztworze badanym jest mniejsza lub równa intensywności zabarwienia w roztworze porównawczym, przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,002 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,005 mg As.

5.4.11. Oznaczanie zawartości miedzi i ołowiu

5.4.11.1. Zasada metody. Miedź i ołów oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki siarczanu żelazawego metodą krzywej wzorcowej.

5.4.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie cz., roztwór (1 + 1).

b) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Cu^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Pb^{2+} .

d) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Cu^{2+} i Pb^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 10,0 ml roztworów (5.4.11.2b) i c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-4}$ g jonów Cu^{2+} i Pb^{2+} .

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych miedzi i ołowiu przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34. i p. 2.2.1.46b).

5.4.11.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: miedziowa i ołowiowa z katodami wewnękowymi.

5.4.11.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję miedzi należy mierzyć przy długości fali 324,7 nm, ołowiu 217 lub 283,2 nm.

5.4.11.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.11.2d), dodać po 2 ml roztworu kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie miedzi i ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: $0,5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję miedzi i ołowiu w przygotowanych roztworach serii wzorców i na podstawie uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenie w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.11.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 5 g próbki siarczanu cynkowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie dodać 2 ml roztworu kwasu azotowego, a następnie dopełnić zawartość kolby wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję miedzi i ołowiu w tak przygotowanym roztworze. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie miedzi i ołowiu w roztworze.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

5.4.11.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość miedzi (X_2) i ołowiu (X_3) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

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

w którym:

- $a_{1,2}$ — stężenie odpowiednio miedzi i ołowiu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_2 — objętość roztworu próbki siarczynu żelazowego uwodnionego, ml,
- m_2 — masa odważki próbki siarczynu żelazowego uwodnionego, g.

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

5.4.12. Oznaczanie zawartości manganu i cynku

5.4.12.1. Zasada metody. Mangan i cynk oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki siarczynu żelazowego metodą krzywej wzorcowej.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy spektralnie cz., roztwór (1 + 1).
- b) Roztwór wzorcowy podstawowy cynku (Zn^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego cynku zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} .
- c) Roztwór wzorcowy podstawowy manganu (Mn^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego manganu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Mn^{2+} .
- d) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Zn^{2+} i Mn^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych (5.4.12.2b i c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g poszczególnych jonów.

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych cynku i manganu przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23 i 2.2.1.40.

5.4.12.3. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampy: cynkowa i manganowa z katodami wewnętrznymi.

5.4.12.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.11.4. Absorbancję cynku należy mierzyć przy długości fali 213, 9 nm, a manganu 279,5 nm.

5.4.12.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0, 10, 20, 50 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.12.2d), dodać po 2 ml roztworu kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenia jonów Zn^{2+} i Mn^{2+} w przygotowanej serii wzorców wynoszą: $0,1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję cynku i manganu w tak przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.11.5.

5.4.12.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki siarczynu żelazowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, dodać 2 ml roztworu kwasu azotowego, a następnie dopełnić zawartość kolby wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję cynku i manganu w tak przygotowanym roztworze (roztwór A). Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie cynku i manganu w roztworze A.

5.4.12.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość cynku (X_4) i manganu (X_5) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{4,5} = \frac{a_{3,4} \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

- $a_{3,4}$ — stężenia odpowiednio cynku i manganu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_3 — objętość roztworu próbki siarczynu żelazowego uwodnionego, ml,
- m_3 — masa odważki próbki siarczynu żelazowego uwodnionego, g.

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

5.4.13. Oznaczanie zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu

5.4.13.1. Zasada metody. Sód, potas, wapń i magnez oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.4.13.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy, spektralnie cz., roztwór (1 + 1).
- b) Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu (Mg^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego magnezu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Mg^{2+} .
- c) Roztwór wzorcowy podstawowy potasu (K^+) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego potasu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g K^+ .
- d) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .
- e) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego wapnia zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ca^{2+} .
- f) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Mg^{2+} , K^+ , Na^+ i Ca^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych (5.4.13.2b), c), d) i e), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Mg^{2+} , K^+ , Na^+ i Ca^{2+} . Dopuszcza się stosowanie wzorcowych roztworów podstawowych magnezu, potasu, sodu i wapnia wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39, 2.2.1.49, 2.2.1.60 i 2.2.1.70.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

5.4.13.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

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

5.4.13.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.11.4. Absorbancję magnezu należy mierzyć przy długości fali 285,2 nm, potasu — 766,5 nm, sodu — 509 nm i wapnia — 422,7 nm.

5.4.13.5. Przygotowanie serii wzorców i przygotowanie 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 (5.4.13.2f), dodać po 2 ml roztworu kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorcowej wynoszą: 0, $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję magnezu, potasu, sodu i wapnia w przygotowanych roztworach w warunkach podanych w 5.4.13.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.11.5.

5.4.13.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję magnezu, potasu, sodu i wapnia w roztworze A przygotowanym wg 5.4.12.6, w warunkach podanych w 5.4.13.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenie magnezu, potasu, sodu, i wapnia w roztworze A.

5.4.13.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość magnezu (X_6), potasu (X_7), sodu (X_8) i wapnia (X_9) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{6, 7, 8, 9} = \frac{a_{5, 6, 7, 8} \cdot V_4 \cdot 100}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

- $a_{5, 6, 7, 8}$ — stężenie odpowiednio magnezu, potasu, sodu i wapnia odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
 m_4 — masa odważki próbki siarczanu żelazawego, g,
 V_4 — objętość roztworu próbki siarczanu żelazawego uwodnionego, ml.

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 30% wyniku niższego.

5.5. Ocena wyników badań. Partię siarczanu żelazawego uwodnionego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki siarczanu żelazawego uwodnionego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wyników wg PN-70/N-02120 p. 2.3.3 (metoda Z).

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

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-119

- a) zrezygnowano z gatunku ch.cz.,
 - b) znormowano azot ogólny i fosforany dla gatunku cz.d.a.,
 - c) zmieniono metodę oznaczania miedzi, cynku, manganu,
 - d) znormowano ołów,
 - e) zmieniono metodę oznaczania alkalicznych i ziem alkalicznych.
- Poziom wymagań normy dostosowano do wymagań normy ISO 6353-3.

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-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- 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-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych ilości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego
- PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titranów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukujących (redoks)

PN-82/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

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 przygotowania 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-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowania. 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 nieplastyfikowanego 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. 35 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. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Informacja dotycząca 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”, 00-139 Warszawa, ul. Elektoralna 2.

6. Autorzy projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, inż. Stanisława Jusiś, mgr Anna Dzwolak, Lubelskie Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne”, Lublin.