

|                                    |                               |                       |
|------------------------------------|-------------------------------|-----------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | N O R M A   B R A N Ż O W A   | BN-84                 |
|                                    | Odczynniki                    | 6191-179              |
|                                    | Tlenek miedziowy<br>— proszek | Grupa katalogowa 1051 |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest tlenek miedziowy — proszek, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Tlenek miedziowy — proszek ma:

- a) wzór chemiczny —  $\text{CuO}$ ,
- b) masę molową — 79,54 g/mol.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Tlenek miedziowy — proszek powinien mieć postać drobnego proszku o czarnej barwie, nierozpuszczalnego w wodzie i alkaliach, rozpuszczalnego w kwasach oraz roztworach chlorku amonowego i cyjanku potasowego.

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

Tablica 1

| Wymagania                                                                            | Gatunki     |                     |
|--------------------------------------------------------------------------------------|-------------|---------------------|
|                                                                                      | cz.d.a.     | cz.                 |
| a) Tlenku miedziowego $\text{CuO}$ , %(m/m), nie mniej niż                           | 99,0        | 98,0                |
| b) Odczynu wyciągu wodnego                                                           | wg przepisu | wg przepisu         |
| c) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %(m/m), nie więcej niż             | 0,02        | 0,06                |
| d) Substancji rozpuszczalnych w wodzie (jako $\text{SO}_4$ ), %(m/m), nie więcej niż | 0,03        | 0,15                |
| e) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %(m/m), nie więcej niż                                | 0,004       | 0,01                |
| f) Siarki całkowitej (jako $\text{SO}_4^{2-}$ ), %(m/m), nie więcej niż              | 0,02        | 0,05                |
| g) Azotu ogólnego (N), %(m/m), nie więcej niż                                        | 0,002       | 0,02                |
| h) Zanieczyszczeń organicznych (C), %(m/m), nie więcej niż                           | 0,02        | 0,05                |
| i) Ołowiu ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %(m/m), nie więcej niż                               | 0,01        | nie normalizuje się |
| j) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %(m/m), nie więcej niż                               | 0,05        | nie normalizuje się |
| k) Sodiu ( $\text{Na}^+$ ), %(m/m), nie więcej niż                                   | 0,02        | 0,03                |
| l) Potasu ( $\text{K}^+$ ), %(m/m), nie więcej niż                                   | 0,02        | 0,03                |
| ł) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %(m/m), nie więcej niż                               | 0,02        | 0,03                |

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W normie ustala się dwa gatunki tlenku miedziowego — proszku, oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** tlenku miedziowego — proszku czystego do analizy:

TLENEK MIEDZIOWY — proszek cz.d.a.  
BN-84/6191-179

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE  
I TRANSPORT

## 4.1. Pakowanie

**4.1.1. Opakowanie jednostkowe** stanowią słoiki ze szkła oranżowego wg BN-83/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02 i polietylenową podkładką lub inną, chemicznie odporną uszczelką zgodnie z BN-71/6419-03.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 23 lipca 1984 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1985 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1984 poz. 31)

**4.1.2. Opakowanie transportowe** stanowią bębny metalowe ocynkowane (hoboki) wg BN-76/5046-02.

**4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3, umieszczając dodatkowo znak dla środków szkodliwych (Wykaz B. MZiOŚ)<sup>1)</sup>.

**4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3.

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216.

Ładunek na polecenie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

**4.3. Przechowywanie.** Tlenek miedziowy — proszek należy przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001, jako substancję szkodliwą.

**4.4. Transport** tlenku miedziowego — proszku może się odbywać dowolnym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi<sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości tlenku miedziowego (CuO) (3.2a),

b) oznaczanie odczynu wyciągu wodnego (3.2b),

c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2c),

d) oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie (3.2d),

e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),

f) oznaczanie zawartości siarki całkowitej (3.2f),

g) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2g),

h) oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych (3.2h),

i) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2i),

j) oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),

k) oznaczanie zawartości sodu (3.2k),

l) oznaczanie zawartości potasu (3.2l),

ł) oznaczanie zawartości wapnia (3.2ł).

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbkę odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii — 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej — 100 g,

c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

d) wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

Tablica 2

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

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 200 g.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Wytyczne ogólne.** Przy przeprowadzaniu badań należy przestrzegać wymagań zawartych w PN-81/C-01055.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości tlenku miedziowego (CuO)**

#### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy (nie zawierający jodanów).

b) Kwas fosforowy 85%(m/m).

c) Skrobia, roztwór 1%(m/m).

d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór o stężeniu  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , (0,1N).

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,3000 g badanego tlenku miedziowego umieścić w kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem, dodać 5 ml kwasu fosforowego i 15 ml wody i ogrzewać na łaźni wodnej do rozpuszczenia się CuO, po czym dodać 80 ml wody. Po ochłodzeniu roztworu, dodać 3 g jodku potasowego, wymieszać i pozostawić na 10 min. Wydzielony jod zmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 1 ml roztworu skrobi.

Zawartość tlenku miedziowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,007954 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,7954}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1000 \text{ mol/l}$  zużytego do miareczkowania, ml,

0,007954 — ilość tlenku miedziowego odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , g,

$m$  — odważka badanego tlenku miedziowego, g.

#### 5.3.3. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego

**5.3.3.1. Odczynniki i roztwory.** Fenoloftaleina przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.2.17.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** Do 5,00 g badanego tlenku miedziowego — proszku dodać 40 ml wody i ogrzewać w ciągu 30 min na wrzącej łaźni wodnej, często mieszając. Roztwór po oziębieniu i opadnięciu osadu przesączyć, do przesączu dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny. Badany tlenek miedziowy — proszek odpowiada wymaganiom normy, jeżeli przesącz nie zabarwi się na czerwono.

**5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym**

**5.3.4.1. Odczynniki i roztwory.** Kwas solny o  $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$ .

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 15,00 g badanego tlenku miedziowego — proszku rozpuścić ogrzewając w temperaturze około 80°C w 100 ml kwasu solnego i 150 ml wody. Po rozpuszczeniu rozcieńczyć roztwór wodą do 300 ml i przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110 °C do stałej masy.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.



Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

$a$  — masa wysuszonej pozostałości, g,

$m_1$  — odważka badanego tlenku miedziowego — proszku, g.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie (jako $\text{SO}_4$ )

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory.** Kwas siarkowy o  $d(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,11 \text{ g/ml}$ .

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** Do 10,00 g badanego tlenku miedziowego — proszku dodać 100 ml wody i gotować w ciągu 5 min. Po oziębieniu mieszaninę przesączyć, przesącz zebrać do wyprażonej i zważonej z dokładnością do 0,0002 g parownicy porcelanowej, dodać 1 ml kwasu siarkowego, odparować do sucha i wyprażyć w temperaturze około  $600^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

$a_1$  — masa wyprażonej pozostałości, g,

$m_2$  — odważka badanego miedziowego tlenku — proszku, g.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

#### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan miedziowy roztwór — nie zawierający chlorków przygotowany w następujący sposób: 30,00 g azotanu miedziowego  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  rozpuścić w 100 ml wody, dodać 20 ml kwasu azotowego, 10 ml azotanu srebra.

Objętość roztworu uzupełnić wodą do 200 ml, ogrzać do  $50^\circ\text{C}$  i pozostawić na 12 h.

Po upływie tego czasu zdekantować przezroczysty roztwór znad osadu.

b) Azotan srebra, roztwór o  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ ml/l}$ .

c) Chlorki ( $\text{Cl}^-$ ) — roztwór wzorcowy przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.17 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ .

d) Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3)_2 = 1,4 \text{ g/ml}$ ;  $d(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$ .

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** Do 1,00 g badanego tlenku miedziowego — proszku dodać 15 ml wody, dodać 5 ml kwasu azotowego i rozpuścić ogrzewając na wrzącej łaźni wodnej.

Po oziębieniu, w razie potrzeby, przesączyć roztwór przez sączek uprzednio dokładnie przemyty gorącą wodą, objętość przesączu uzupełnić wodą do 30 ml i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 sposób A, stosując roztwór porównawczy azotanu miedziowego nie zawierający chlorków.

Badany tlenek miedziowy — proszek odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opa-

lizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 20 ml roztworu azotanu miedziowego bez chlorków oraz dla odczynnika:

cz.d.a. — 0,04 mg  $\text{Cl}^-$ ,

cz. — 0,10 mg  $\text{Cl}^-$

i te same ilości odczynników.

### 5.3.7. Oznaczanie całkowitej zawartości siarki ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).

b) Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$ .

c) Kwas solny o  $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$  oraz o  $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$ .

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** Do 5,00 g badanego tlenku miedziowego — proszku dodać 10 ml kwasu solnego o  $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$ , 5 ml kwasu azotowego i odparować do sucha.

Pozostałość rozpuścić w 100 ml wody, dodać 1 ml kwasu solnego o  $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$ , w razie potrzeby przesączyć, po czym ogrzać do wrzenia, dodać 5 ml chlorku barowego i pozostawić na  $18 \div 20 \text{ h}$ . Następnie osad odsączyć, przemyć zimną wodą do zaniku reakcji na jony  $\text{Cl}^-$ , wysuszyć i wyprażyć do stałej masy w temperaturze  $800^\circ\text{C}$ .

Zawartość siarki całkowitej ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_2 \cdot 0,4115 \cdot 100}{m_3} = \frac{a_2 \cdot 41,15}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

$a_2$  — masa wysuszonego osadu, g,

0,4115 — mnożnik przeliczeniowy siarczanu baru na siarczany, g,

$m_3$  — odważka badanego tlenku miedziowego — proszku, g.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

**5.3.8.1. Aparatura** — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.1.

**5.3.8.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2 oraz kwas solny o  $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$ .

**5.3.8.3. Wykonanie oznaczania.** 1,00 badanego tlenku miedziowego — proszku rozpuścić ogrzewając w 20 ml kwasu solnego, rozcieńczyć 100 ml wody, zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego (wobec fenoloftaleiny), dodać 1 g stopu Devarda i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.4.

Badany tlenek miedziowy — proszek odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla odczynnika:

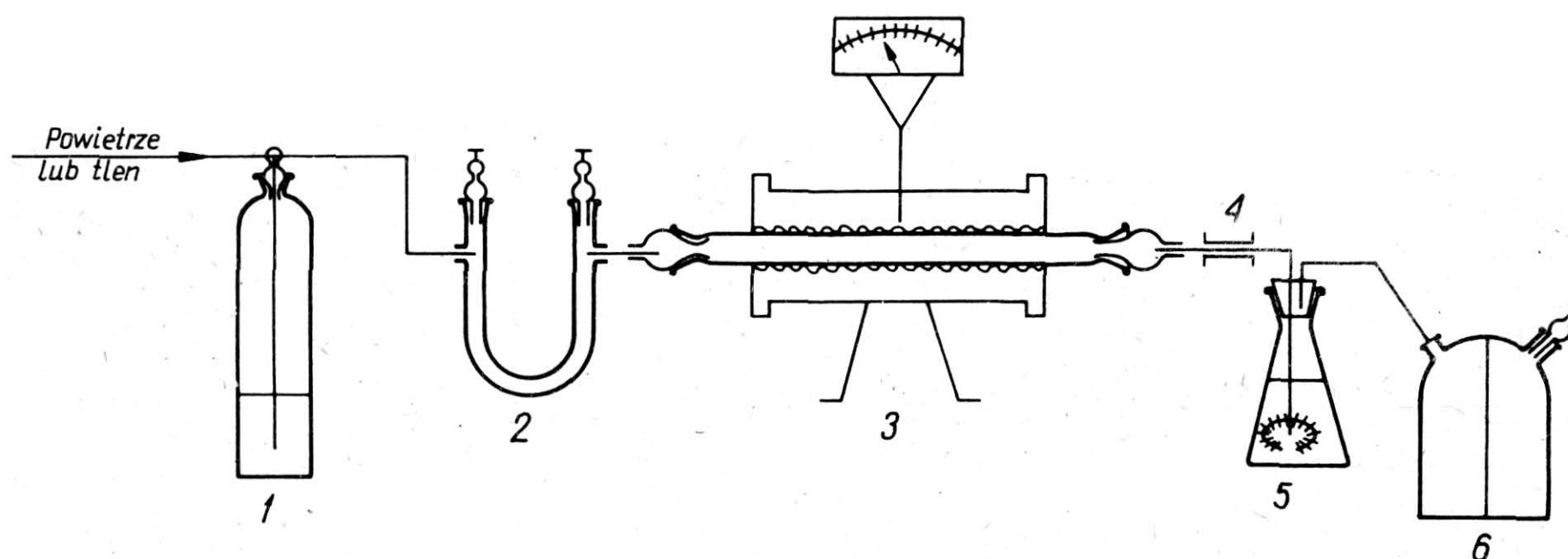
cz.d.a. — 0,02 mg N,

cz. — 0,20 mg N

i te same ilości odczynników.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych (C)

**5.3.9.1. Aparatura** — wg rysunku



BN-84/6191-179

1 — płuczka z 40-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego, 2 — U-rurka z chlorkiem wapniowym, 3 — piec elektryczny do spalań z rurą długości około 70 cm ze szkła kwarcowego lub trudno topliwego, 4 — absorber, 5 — filtr ze szkła spiekane, 6 — płuczka Tiszczénki

### 5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek barowy, roztwór nasycony.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór 40%(m/m).
- Węgiel (C), roztwór wzorcowy przygotowany wg PN-81/C-06503.

**5.3.9.3. Wykonanie oznaczania.** 3,00 g badanego tlenku miedziowego — proszku dla odczynnika cz.d.a. oraz 1,50 g dla odczynnika cz., odważonego w łódeczce porcelanowej, umieścić (rysunek) w rurze (kwarcowej lub ze szkła trudno topliwego) pieca elektrycznego do spalań. Łódeczkę i rurę do spalań należy przed oznaczaniem wyprażyć w tej samej temperaturze jak podczas wykonywania oznaczania w strumieniu powietrza lub tlenu nie zawierającego  $\text{CO}_2$  stosując płuczkę z roztworem wodorotlenku sodowego i U-rurkę z chlorkiem wapniowym.

Końce rury powinny wystawać z pieca co najmniej na 15 cm.

Rurę do spalań połączyć za pomocą korka gumowego i szklanej rurki z kolbą stożkową pojemności 100 ml, zawierającą 40 ml świeżo przygotowanej wody i 10 ml nasyconego roztworu wodorotlenku barowego. Kolbę zamknąć korkiem gumowym z dwoma otworami, w jednym jest umieszczona rurka szklana z filtrem ze szkła spiekane, połączona swym górnym końcem z rurą do spalań, zaś dolny koniec rurki jest zanurzony w roztworze znajdującym się w kolbie. W drugim otworze korka gumowego jest umieszczona druga krótka rurka, której górny koniec jest połączony za pomocą rurki gumowej z płuczką ochronną z filtrem ze szkła spiekane (Tiszczénki), zawierającą około 25 ml roztworu wodorotlenku sodowego. Po zestawieniu przyrządu i uregulowaniu strumienia powietrza lub tlenu, przechodzącego przez cały system równomiernie z taką szybkością, że można liczyć pęcherzyki gazu w kolbie pochłaniającej, stopniowo ogrzewać to miejsce rury, w której jest umieszczony badany preparat. Następnie wyprażyć w ciągu 2 h w temperaturze  $1100 \div 1200^\circ\text{C}$ .

Równocześnie z ukazaniem się zmętnienia w kolbie pochłaniającej, do drugiej takiej samej kolby zawie-

rajać te same ilości wody i wodorotlenku barowego wprowadzić roztwór wzorcowy zawierający:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,60 mg C,

dla odczynnika cz. — 0,75 mg C

i szybko zamknąć korkiem gumowym.

Po upływie 2 h przerwać ogrzewanie, szybko odłączyć kolbę pochłaniającą, zamknąć korkiem gumowym, dokładnie wymieszać zawartość obu kolb i porównać wielkość zmętnienia.

Badany tlenek miedziowy — proszek odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie roztworu badanego nie będzie większe niż zmętnienie roztworu porównawczego.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb)

#### 5.3.10.1. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z ołowiową katodą wnękową.

#### 5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie czysty o  $c(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ mol/l}$ .

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb, przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą (10 + 90). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Pb}$ .

**5.3.10.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach, ustalonych dla stosowanego aparatu.

Ołów należy oznaczać przy długości fali 283,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

**5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 8,0 i 10,0 rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach powinno wynosić:  $1 \cdot 10^{-6}$ ;  $2 \cdot 10^{-6}$ ;  $4 \cdot 10^{-6}$ ;  $6 \cdot 10^{-6}$ ;  $8 \cdot 10^{-6}$  oraz  $1 \cdot 10^{-5} \text{ g/ml}$ .



Zmierzyć absorbancję ołowiu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

**5.3.10.5. Wykonanie oznaczania.** W zlewce pojemności 50 ml odważyć 2,00 g badanego tlenku miedziowego, zwilżyć wodą, dodać 5 ml kwasu azotowego, ogrzewać do rozpuszczenia, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Zmierzyć absorbancję ołowiu w tak przygotowanym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość ołowiu ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{c_1 \cdot V_1 \cdot 50}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

$c_1$  — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu A próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_4$  — odważka badanego tlenku miedziowego, g.

### 5.3.11. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

#### 5.3.11.1. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z żelazową katodą wnekową.

**5.3.11.2. Odczynniki i roztwory.** Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Fe}^{3+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony (10 + 90). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4}$  g  $\text{Fe}^{3+}$ .

**5.3.11.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Żelazo należy oznaczać przy długości fali 248,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

**5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 ml roz-

cieńczonego roztworu wzorcowego żelaza, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie żelaza w poszczególnych kolbach powinno wynosić:  $1 \cdot 10^{-6}$ ,  $2 \cdot 10^{-6}$ ,  $4 \cdot 10^{-6}$ ,  $6 \cdot 10^{-6}$ ,  $8 \cdot 10^{-6}$  i  $1 \cdot 10^{-5}$  g/ml.

Zmierzyć absorbancję żelaza w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

**5.3.11.5. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 25 ml roztworu A, przygotowanego wg 5.3.10.5, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B). Zmierzyć absorbancję żelaza w tak przygotowanym roztworze, w warunkach identycznych jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość żelaza ( $X_6$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{c_2 \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 50}{m_4 V_2} \quad (6)$$

w którym:

$c_2$  — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu A próbki przygotowanego w 5.3.10.5, ml,

$V_3$  — objętość roztworu B próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

$V_2$  — objętość roztworu próbki pobrana z objętości  $V_1$ , ml,

$m_4$  — odważka badanego tlenku miedziowego znajdująca się w objętości  $V_1$  próbki, g.

### 5.3.12. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia ( $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Ca}^{2+}$ )

**5.3.12.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

**5.3.12.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04953 p. 2.4a), d), e).

**5.3.12.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej** — wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

**5.3.12.4. Wykonanie oznaczania.** W roztworze B, przygotowanym wg 5.3.11.5, wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-80090

a) wprowadzono gatunek czysty,

b) wprowadzono oznaczanie zawartości tlenku miedziowego — proszku,

c) wprowadzono oznaczanie ołowiu,

d) wprowadzono oznaczanie żelaza,

e) wprowadzono oznaczanie, wapnia, sodu i potasu,

f) złagodzone zawartość substancji organicznych jako (C) w gatunku cz.d.a.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-80090 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1985 r.

### 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-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane  $800 \times 1200$  — EUR

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-83/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

Wykaz B — środków szkodliwych ujętych w zarządzeniach Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. (Dz. U. nr. 2 poz. 8) z dnia 4 września 1965 r. (Dz. U. nr 40 poz. 252) z klasą szkodliwości wg przepisów RID

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 art. 27 ust. 4 p. 4 DKP (Dz. T i ZK z 1963 r. nr 4 poz. 10).

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r.)

#### 4. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Autorzy projektu normy — Maria Roman, mgr inż. Helena Czepelak — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.