

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Odczynniki Dwuchromian amonowy	6191-66
		Zamiast BN-66/6191-66
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest dwuchromian amonowy, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Dwuchromian amonowy ma:

- a) wzór ogólny: $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$,
- b) masę molową: 252,10 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki dwuchromianu amonowego, oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia dwuchromianu amonowego czystego do analizy:

DWUCHROMIAN AMONOWY cz.d.a.

BN-89/6191-66

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwuchromian amonowy powinien mieć postać pomarańczowoczerwonych kryształów rozpuszczalnych w wodzie.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość dwuchromianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
c) pH 5% (m/m) , roztworu w granicach	3,0 ÷ 4,0	3,0 ÷ 4,2
d) Chlorków (Cl^-) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,003
e) Siarczanów (SO_4^{2-}) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,05
f) Żelaza (Fe^{3+}) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,005

cd. tablicy 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
g) Ołowiu (Pb^{2+}) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,007
h) Wapnia (Ca^{2+}) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
i) Sodiu (Na^+) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	0,05
j) Potasu (K^+) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	0,05
k) Miedzi (Cu^{2+}) , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,007

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Dwuchromian amonowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym lub drogowym¹⁾. Dwuchromian amonowy nadany do przewozu w transporcie drogowym powinien być opakowany i oznakowany zgodnie z przepisami transportowymi RID/ADR.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła oranżowego wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, z podkładkami polietylenowymi.

Masa netto: 250, 500, 1000 i 2000 g.

Opakowaniem jednostkowym dla dwuchromianu amonowego są również worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, umieszczone w bębnach tekturowych.

Masa netto: 50 kg.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 24 marca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 grudnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1989, poz. 14)

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając znak niebezpieczeństwa dla substancji utleniających zgodnie z klasą RID/ADR 5.1.

4.2.3. Opakowanie transportowe stanowią skrzynki z tarcicy dla odczynników wg BN-63/7161-06. W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami wymiarowego systemu opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

a) znak niebezpieczeństwa — nalepka ostrzegawcza nr 5 wg RID/ADR dla substancji utleniających zgodnie z przepisami transportowymi wg klasy 5 „Materiał utleniający”.

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.3, 2.4.4.

4.3. 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 palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się, deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą stabilną jednostkę ładunkową i miał wysokość nie więcej niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Dwuchromian amonowy należy przechowywać w suchych (o zawartości wilgoci powyżej 50%) magazynach. Jest produktem trwałym. Okres gwarancji — 2 lata.

W przechowywaniu układać w 3 warstwach.

4.5. Transport. Dwuchromian amonowy jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR kl. 5.1.

Opakowany wg 4.2 należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

Do środka transportowego opakowania należy układać w 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie procentowej zawartości dwuchromianu amonowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu wodnego dwuchromianu amonowego (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2g),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2h),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2i),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2j),

l) oznaczanie zawartości miedzi (3.2k),

ł) oznaczanie strat suszenia (105°) (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a., należy stosować wytyczne wg PN-88/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 300 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki, cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny dwuchromianu amonowego sprawdzić wizualnie, a rozpuszczalność w wodzie — wg 5.3.4.

5.3.3. Oznaczanie zawartości dwuchromianu amonowego (NH₄)₂Cr₂O₇

5.3.3.1. Zasada metody. Oznaczanie przeprowadza się metodą jodometryczną. Dwuchromian utlenia jony jodkowe do jodu, wydzielony jod odmiareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy wolny od jodałów.
- Kwas siarkowy roztwór [16%(m/m)]1 + 5.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór o c (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) — 0,1000 mol/l, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.2.
- Skrobia wskaźnik, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.6.1.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 1,8 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać. Następnie 25 ml otrzymanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 300 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 2 g jodku potasowego, 20 ml roztworu kwasu siarkowego, zamknąć kolbę i pozostawić w ciemnym miejscu. Po 10 min spuścić korek oraz ścianki kolby około 100 ml wody i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności 2 ml skrobi do ukazania się zielonego zabarwienia.

5.3.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość dwuchromianu amonowego (X₁) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0042017 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot m_1} = \frac{V \cdot 4,2017}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

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

m_1 — odważka badanego dwuchromianu amonowego, g,

0,0042017 — ilość dwuchromianu amonowego, odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1000 mol/l, g.

5.3.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż 0,1%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 300 ml gorącej wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04577. Badany dwuchromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zawartość substancji nierozpuszczalnych nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.3.5. Oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu wodnego wykonać wg PN-77/C-04963 p. 2.2.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/04518 p. 2.3.1 oraz dwuchromian amonowy nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 10,00 g dwuchromianu amonowego rozpuścić w 45 ml wody, dodać 50 ml roztworu kwasu azotowego, 5 ml roztworu azotanu srebra i pozostawić na 16 ÷ 18 h, po czym przesączyć przez sącze odmyty od chlorków gorącą wodą (próba z AgNO_3). Do przygotowania roztworów porównawczych pobierać 20 ml przesącza.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego dwuchromianu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3. Badany dwuchromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanej próbce po upływie 10 min nie będzie silniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości 20 ml roztworu dwuchromianu amonowego nie zawierającego chlorków oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,06 mg Cl^- .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór 25%(m/m).

b) Alkohol etylowy, 96%(V/V).

c) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego dwuchromianu amonowego dla odczynnika cz.d.a. lub 5 g dla odczynnika cz. odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody dla odczynnika cz.d.a.

lub w 50 ml wody dla odczynnika cz., dodać 50 ml roztworu kwasu solnego dla odczynnika cz.d.a., lub 25 ml roztworu kwasu solnego dla odczynnika cz., roztwór przesączyć w razie potrzeby przez twardy sącze, sącze przemyć niewielką ilością wody. Do przesącza wprowadzić małymi porcjami ostrożnie, mieszając 50 ml alkoholu etylowego dla odczynnika cz.d.a., 25 ml alkoholu etylowego dla odczynnika cz., ponownie ostrożnie wymieszać i postawić na wrzącej łaźni wodnej do całkowitej redukcji Cr^{6+} do Cr^{3+} . Po skończonej redukcji roztwór ogrzać na kuchence elektrycznej do wrzenia, zadać 10 ml roztworu chlorku barowego i pozostawić na 18 ÷ 20 h. Wytrącony osad siarczanu barowego odsączyć, stosując bezpopiołowy sącze, przemyć gorącą wodą do zaniku zielonego zabarwienia. Sącze z osadem umieścić w tyglu uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym, wysuszyć w suszarce i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600 ÷ 800°C.

5.3.7.3. Obliczanie wyników. Zawartość siarczanów (X_2) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 0,4115}{m_2} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m — masa wyprażonego osadu siarczanu barowego, g,

m_2 — odważka badanego dwuchromianu amonowego, g,

0,4115 — przelicznik z masy siarczanu barowego na siarczany.

5.3.7.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 20%.

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

5.3.8.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z żelazową katodą wnękową.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy o c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 0,001 mol/l.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony w stosunku 10 + 90 roztworem kwasu siarkowego o c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 0,001 mol/l. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Fe^{3+} .

5.3.8.3. Warunki fotometrowania. — Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pomiaru absorbancji ustalonych dla posiadanego aparatu.

Pomiar należy wykonać przy długości fali 248,2 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi aparatu.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. Do zlewki kwarcowej pojemności 200 ml odważyć 6 g badanego dwuchromianu amonowego z dokładnością do 0,01 g i ogrzewając rozpuścić w 50 ml wody, po czym przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać — roztwór A. Następnie do czterech pomiarowych pojem-

ności po 50 ml odmierzyć po 10,00 ml uprzednio przygotowanego roztworu A oraz dodać kolejno: 0; 0,5; 1,0 oraz 2,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego żelaza wg 5.3.8.2b), uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenia dodatków żelaza w poszczególnych kolbach wynoszą kolejno 0,0; $0,5 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-6}$; $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję żelaza w przygotowanych roztworach w ustalonych optymalnych warunkach pomiaru absorbancji wg 5.3.8.3.

Zawartość żelaza (X_3) w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{X_n}{3} \quad (3)$$

$$\text{gdzie } X_n = \frac{A_0 C_n V_1 V_3 \cdot 100}{(A_n - A_0) m_3 V_2}$$

w którym:

A_0 = absorbancja roztworu bez dodatku wzorca,

A_n = absorbancja roztworu z dodatkiem wzorca,

C_n = stężenie dodatku wzorca, g/ml,

V_1 = objętość roztworu A, ml,

V_2 = objętość roztworu pobrana z objętości roztworu A, ml,

n = I, II, III,

V_3 = objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

m_3 = odważka badanego dwuchromianu amonu, g.

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

5.3.9.1. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z ołowiową katodą wnątkową.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy roztwór o $c(HNO_3) = 0,001$ mol/l.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony w stosunku 10 + 90 roztworem kwasu azotowego o $c(HNO_3) = 0,001$ mol/l.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.3.9.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pomiaru absorbancji z korekcją tła ustalonych dla posiadanego aparatu. Ołów należy oznaczać przy długości fali 283,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. Do czterech kolb pomiarowych pojemności po 50 ml odmierzyć po 10,00 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.8.4 oraz dodać kolejno 0,0; 0,5; 1,0; 2,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu wg 5.3.9.2b) uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie dodatków wzorca w poszczególnych kolbach wynoszą kolejno 0,0; $0,5 \cdot 10^{-6}$; $2 \cdot 10^{-6}$; $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję ołowiu w sporządzonych roztworach w optymalnych warunkach pomiaru absorbancji z korekcją tła, ustalonych dla posiadanego aparatu. Zawartość ołowiu X_4 obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_4 = \frac{X_m}{3} \quad (4)$$

$$\text{gdzie } X_m = \frac{A_0 C_m V_1 V_5 \cdot 100}{(A_m - A_0) m_3 V_1}$$

w którym:

M = I, II, III,

A_0 — absorbancja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

A_m — absorbancja roztworu próbki z dodatkiem wzorca,

C_m — stężenie dodatku wzorca, g/ml,

V_1 — objętość roztworu próbki A 5.3.8.4, ml,

V_4 — objętość pobrana z roztworu A, ml,

V_5 — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

m_3 — odważka badanego dwuchromianu amonowego wg 5.3.8.4.

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

5.3.10.1. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z wapniową katodą wnątkową.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.7, rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 90.

1 ml roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ca.

5.3.10.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pomiaru absorbancji ustalonych dla posiadanego aparatu. Wapń należy oznaczać przy długości fali 422,7 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć po 10 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.8.4 oraz dodać kolejno 0, 0,5, 1,0, 2,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie dodatków wzorca w poszczególnych kolbach wynoszą kolejno: $0,5 \cdot 10^{-6}$; $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonych roztworach w optymalnych warunkach absorbancji ustalonych dla posiadanego aparatu. Zawartość wapnia X_5 obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_5 = \frac{X_z}{3} \quad (5)$$

$$\text{gdzie } X_z = \frac{A_0 C_2 \cdot V_1 V_7 \cdot 100}{(A_z - A_0) m_3 V_6}$$

w którym:

z = I, II, III,

A_0 — absorbancja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

A_z — absorbancja roztworu próbki z dodatkiem wzorca,

C_2 — stężenie dodatku wzorca g/ml,

V_1 — objętość roztworu A próbki wg 5.3.8.4, ml,

V_6 — objętość pobrana z roztworu A, ml,

V_7 — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

m_3 — odważka badanego dwuchromianu amonowego wg 5.3.8.4, g.

5.3.11. Oznaczanie zawartości sodu Na^+ i potasu K^+

5.3.11.1. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa sodowa z katodą wnękową.

c) Lampa potasowa z katodą wnękową.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny o gęstości d (HCl) = 1,18 g/ml.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Na^+ przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60 rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 990.

1 ml rozcieńczonego roztworu potasowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Na^+ .

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49, a rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 990.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g K^+ .

5.3.11.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Sód należy oznaczać przy długości fali 589,0 nm, a potas przy długości fali 766,5 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności po 100 ml, wytrawionych kwasem solnym i wypłukanych wodą, odmierzyć kolejno po 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 ml każdego z roztworów wzorcowych, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie Na, K w poszczególnych kolbach wynosi $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ w g/ml. Zmierzyć absorbancję sodu oraz potasu w sporządzonych roztworach w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu wg 5.3.11.3. Z uzyskanych wyników sporządzić odpowiednie wykresy krzywych wzorcowych.

5.3.11.5. Wykonanie oznaczania. Do wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 20,0 ml roztworu A, przygotowanego wg 5.3.8.4, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B). Następnie do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 1 ml roztworu B, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję sodu i potasu w uprzednio sporządzonym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość sodu X_6 i potasu X_7 w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_{6,7} = \frac{a_1 \cdot V_1 V_9 V_{11} \cdot 100}{m_3 \cdot V_8 \cdot V_{10}} \quad (6)$$

w którym:

a_1 — stężenie sodu lub potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

m_3 — odważka badanego dwuchromianu amonowego, g,

V_1 — objętość roztworu A wg 5.3.8.4, ml,

V_8 — objętość roztworu pobrana z roztworu A, ml,

V_9 — objętość roztworu B, ml,

V_{10} — objętość pobrana z roztworu B, ml,

V_{11} — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml.

5.3.12. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

5.3.12.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnękową.

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy o c ($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$) = 0,001 mol/l.

b) Roztwór wzorcowy miedzi, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony kwasem siarkowym o c ($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$) = 0,001 mol/l w stosunku 10 + 990.

1 ml roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

5.3.12.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych do posiadanego aparatu. Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,8 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.12.4. Wykonanie oznaczania. Do czterech kolb pomiarowych pojemności po 100 ml odmierzyć po 0,5 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.8.4 oraz dodać kolejno 0; 1,0; 2,0; 3,0 ml roztworu wzorcowego miedzi, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie dodatków wzorca w poszczególnych kolbach wynosi 0,0; $1 \cdot 10^{-7}$; $3 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi w sporządzonych roztworach w optymalnych warunkach pomiaru absorbancji ustalonych dla posiadanego aparatu. Zawartość miedzi X_8 w $\%(m/m)$ obliczyć wg 5.3.12.3 wg wzoru

$$X_8 = \frac{X_y}{3} \quad (7)$$

$$\text{gdzie } X_y = \frac{A_y C_y V_1 V_{13} \cdot 100}{(A_7 - A_0) m_2 V_{12}}$$

w którym:

y — I, II, III,

A_0 — absorbancja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

A_y — absorbancja roztworu próbki z dodatkiem wzorca,

C_y — stężenie dodatku wzorca,

V_1 — objętość roztworu A próbki wg 5.3.8.4, g,

V_{12} — objętość pobrana z roztworu A, ml,

V_{13} — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

m_2 — odważka badanego dwuchromianu amonowego wg 5.3.8.4, g.

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 BN-66/6191-66

- a) obniżono zawartość podstawowego składnika,
- b) wprowadzono oznaczanie pH roztworu 5%(m/m),
- c) zaostorzono wymagania zawartości chlorków w gatunku czystym,
- d) znowelizowano metodę badania metali alkalicznych,
- e) wykreślono oznaczanie zawartości substancji strącających amoniakiem, wprowadzając oznaczanie zawartości Fe, Pb i Cu metodą ASA,
- f) znowelizowano metodę oznaczania zawartości wapnia.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukujących (redoks)
PN-81/C-06501. Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych
PN-88/C-80047. Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie. Przechowywanie i transport
PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200-EUR
PN-78/O-79021. Opakowania. System wymiarowy
PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie
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.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4, do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz.T i ZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami
Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami materiałów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz.T i ZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.T i ZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1965 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz.T i ZK nr 15, poz. 119 z 1981 r. wraz z późniejszymi zmianami)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz. U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

3. Symbol wg KTM

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

4. Autorzy projektu normy — mgr inż. Rozalia Adamczyk, mgr inż. Helena Czepalak — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.