

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-90
	Odczynniki Kwas szczawiowy		6193-51
			Zamiast BN-74/6193-51
			Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas szczawiowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Kwas szczawiowy ma:

- wzór sumaryczny $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- wzór strukturalny $\begin{array}{c} \text{H} - \text{O} - \text{C} = \text{O} \\ | \\ \text{H} - \text{O} - \text{C} = \text{O} \end{array} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- masę molową 126,07 g/mol,
- właściwości szkodliwe dla zdrowia.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki kwasu szczawiowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu szczawiowego, czystego do analizy:

KWAS SZCZAWIOWY cz.d.a. BN-90/6193-51

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas szczawiowy powinien być substancją stałą, krystaliczną, bezbarwną, rozpuszczalną w wodzie i w alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania szczegółowe — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość kwasu szczawiowego ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w H_2O , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Pozostałość po prażeniu, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,05
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
g) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,002
h) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
i) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
j) Wapnia (Ca^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
k) Magnezu (Mg^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Kwas szczawiowy 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, 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.

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-89/O-79021.

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne” w Lublinie
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 27 kwietnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1990, poz. 21)

- a) klasę niebezpieczeństwa 8 wg RID/ADR,
- b) znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących wg PN-76/O-79251 p. 2.3.10,

c) napis „Ostrożnie — środek szkodliwy“ pod nazwą odczynnika w języku angielskim (kwas szczawiowy zaliczany jest do Wykazu B MZiOŚ¹⁾),

d) napis ostrzegawczy „ŻRĄCY-CORROSIVE“.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla sło stanowią skrzynki z tarcicy zamknięte wg BN-63/7161-06. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową „pneumopak“ lub innym podobnym i ustawiać 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 wzmacnianych 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.

Masa netto: 35 i 50 kg.

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, ma wymiary zgodne z PN-89/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych.

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

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.4, 2.4.10,

b) znak niebezpieczeństwa — wzór nr 8 wg RID/ADR „Materiały żrące“.

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

4.3. Przechowywanie. Kwas szczawiowy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C , wilgotność nie wyższa niż $60 \div 70\%$).

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek i beczek drewnianych 4, dla bębnow z tektury 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Kwas szczawiowy jest materiałem niebezpiecznym: klasa 8, liczba marginesowa 801, punkt 31 c wg RID i klasa 8, liczba marginesowa 2801, punkt 31 c wg ADR. Powinien być przewożony zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾.

Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości kwasu szczawiowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie pozostałości po prażeniu (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2g), ołowiu (3.2h), miedzi (3.2i),
- i) oznaczanie zawartości wapnia (3.2j), magnezu (3.2k).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg kwasu szczawiowego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać 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 próbki pierwotnej powinna wynosić 100 g, natomiast wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii, sztuk	Liczba próbek jednostkowych, sztuk
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 160	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono 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.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych ocenić wizualnie postać i barwę próbki kwasu szczawiowego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2, rozpuszczalność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasu szczawiowego

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość kwasu szczawiowego oznacza się manganometrycznie w środowisku kwasu siarkowego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór (1+3).
- b) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany o $c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.9.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,25 g próbki kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml, rozpuścić w 90 ml, dodać 10 ml roztworu kwasu siar-

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

kowego, ogrzać do temperatury $70 \div 80^\circ\text{C}$ i miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego, dodając go małymi porcjami, odczekując każdorazowo na odbarwienie się cieczy. Temperatura roztworu nie powinna spadać poniżej 60°C . Pod koniec miareczkowania należy dodawać roztwór nadmanganianu potasowego kroplami, aż do wystąpienia trwałego przez 30 s słabioróżowego zabarwienia.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość kwasu szczawiowego (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,006303 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

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

m_1 — masa odważki próbki kwasu szczawiowego, g,

0,006303 — ilość kwasu szczawiowego odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 60 g próbki kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 600 ml i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę kwasu szczawiowego 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 pozostałości po prażeniu. Odważyć 10 g próbki kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w tyglu kwarcowym i wykonać oznaczanie zgodnie z PN-76/C-04958 p. 2.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę kwasu szczawiowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości po prażeniu nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

Pozostałość po prażeniu pozostawić do oznaczeń wg p. 5.4.9.

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 kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 ml wody, dodać 12 ml roztworu kwasu azotowego i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę kwasu szczawiowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po 15 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu

porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,01 g w tyglu kwarcowym, spalić i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 700°C przez 2 h. Następnie pozostałość odparować z 10 ml roztworu kwasu solnego na łaźni wodnej prawie do sucha. Zawartość tygla rozpuścić w 20 ml wody (w razie potrzeby przesączyć przez tygiel z wkładką ze szkła spiekanego p-4) i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę kwasu szczawiowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym 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. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,20 mg SO_4^{2-} .

5.4.8. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2 g próbki kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 150 ml, rozpuścić w 100 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę kwasu szczawiowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,10 mg N.

5.4.9. Oznaczanie zawartości żelaza, ołowiu i miedzi

5.4.9.1. Zasada metody. Żelazo, ołów i miedź oznaczają się techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej, metodą krzywej wzorcowej.

5.4.9.2. 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 jonów Cu^{2+} .

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

d) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g jonów Fe^{3+} .

e) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Cu^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 10,0 ml roztworów wzorcowych (5.4.9.2b), c), d). Dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-4}$ g jonów Cu^{2+} , Pb^{2+} i Fe^{3+} .

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych miedzi, ołowiu, żelaza przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, p. 2.2.1.46b, p. 2.2.1.75.

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: żelazowa, ołowiowa i miedziowa z katodami wnękowymi.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję żelaza należy mierzyć przy długości fali 248,3 nm, miedzi 324,7 nm, ołowiu 217 lub 283,3 nm.

5.4.9.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,5 i 5,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.9.2e), dodać po 1,0 ml roztworu kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie miedzi, ołowiu i żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: 0; $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2,5 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi, ołowiu i żelaza w przygotowanej serii wzorców w warunkach podanych w 5.4.9.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.9.6. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po oznaczaniu wg 5.4.5 zwilżyć 1 ml roztworu kwasu azotowego i odparować do sucha, następnie ponownie dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego, rozpuścić pozostałość w tyglu na gorąco i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję miedzi, ołowiu i żelaza w roztworze A w przypadku gatunku cz.d.a., natomiast w przypadku gatunku cz. w roztworze A rozcieńczonym 1+9, w warunkach podanych w 5.4.9.4.

Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie miedzi, ołowiu i żelaza w roztworze.

5.4.9.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_2), ołowiu (X_3), miedzi (X_4) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzorów

$$\text{dla gatunku cz.d.a. } X_{2,3,4} = \frac{a_{1,2,3} \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

$$\text{dla gatunku cz. } X_{2,3,4} = \frac{a_{1,2,3} \cdot V_2 \cdot 10^3}{m_2} \quad (2')$$

w których:

$a_{1,2,3}$ — stężenie odpowiednio żelaza, ołowiu i miedzi odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_2 — objętość roztworu A przygotowanego wg 5.4.9.6, ml,

m_2 — masa odważki próbki kwasu szczawiowego wg 5.4.5, g.

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

5.4.10. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu

5.4.10.1. Zasada metody. Wapń i magnez oznacza się techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej, metodą krzywej wzorcowej.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

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

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

c) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Mg^{2+} i Ca^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml roztworów wzorcowych (5.4.10.2a) i b). Dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Mg^{2+} i Ca^{2+} .

Dopuszcza się stosowanie wzorcowych roztworów podstawowych przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39 i p. 2.2.1.70.

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: magnezowa i wapniowa z katodami wnękowymi.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.9.4.

Absorbancję magnezu należy mierzyć przy długości fali 285,2 nm, a wapnia — 422,7 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie 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 (5.4.10.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenia jonów Ca^{2+} i Mg^{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 magnezu i wapnia w przygotowanej serii wzorców w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.9.6.

5.4.10.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g próbki kwasu szczawiowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w 40 ÷ 50 ml wody, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję wapnia i magnezu w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenie wapnia i magnezu w roztworze.

5.4.10.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość wapnia (X_5) i magnezu (X_6) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

$$X_{5,6} = \frac{a_{4,5} \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

- $a_{4,5}$ — stężenie odpowiednio wapnia i magnezu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_3 — objętość roztworu próbki kwasu szczawiowego, ml,
- m_3 — masa odważki próbki kwasu szczawiowego, g.

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

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

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii kwasu szczawiowego 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-74/6193-51

- a) zrezygnowano z gatunku ch.cz.,
- b) zmieniono metodę oznaczania zawartości żelaza,
- c) zanormowano oddzielnie zawartość ołowiu i miedzi metodą absorpcji atomowej zamiast metali ciężkich grupy siarkowodorowej,
- d) zrezygnowano z oznaczania zawartości zanieczyszczeń organicznych,
- e) dostosowano poziom wymagań normy do poziomu wymagań firm światowych: BDH, Riedel-de Haën, Merck, Fluka.

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-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną
- PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących
- PN-76/C-04958 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości po prażeniu
- 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-800047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-89/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki
- BN-84/6414-06 Opakowania 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 nieplastifikowanego polichlorku winylu. Szeregi wymiarowe

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu PCH 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. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF). (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 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. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 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 MZiOŚ z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 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.)

4. Symbol wg SWW

dla gatunków cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunków cz. — 1331-42.

5. Wymagania jakościowe normy dla gatunku cz.d.a. odpowiadają wymaganiom normy ISO 6353/2 oraz firm światowych.

6. Informacja dotycząca legalnych roztworów wzorcowych do absorpcji atomowej. Legalne roztwory wzorcowe do absorpcji atomowej o stężeniach 1 mg Meⁿ⁺/ml są produkowane przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów WZORMAT, ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa.

7. Autorzy projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, inż. Stanisława Jusiś, Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne”, Lublin.