

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Odczynniki Szczawian potasowy	6191-189
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest szczawian potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Szczawian potasowy ma:

- wzór chemiczny $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$,
- wzór budowy $O = \begin{array}{c} C-O-K \\ | \\ C-O-K \end{array} \cdot H_2O$,
- masę molową 184,24 g/mol,
- właściwości szkodliwe dla zdrowia.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki szczawianu potasowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia szczawianu potasowego czystego do analizy:

SZCZAWIAN POTASOWY cz.d.a BN-89/6191-189

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Szczawian potasowy powinien być bezbarwnym, krystalicznym proszkiem łatwo rozpuszczalnym w wodzie, nierozpuszczalnym w alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Szczawian potasowy 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, zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02, wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo 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 oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
1	2	3
a) Zawartość szczawianu potasowego ($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Odczyn pH 5 $\%(m/m)$ roztworu, w granicach	7,0÷8,5	7,0÷8,5
c) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}) $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,03
e) Azotanu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
f) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
h) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
i) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,003
j) Cynku (Zn^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
k) Kadmu (Cd^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
l) Sodiu (Na^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 24 marca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1989, poz. 18)

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

- a) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR,
- b) napis „Ostrożnie środek szkodliwy“ pod nazwą odczynnika w języku angielskim; szczawian potasowy zaliczony jest do Wykazu B. Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej¹⁾,
- c) znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79251 p. 2.3.9.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoí stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową „pneumopak“ lub innymi podobnymi i ustawiać w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe kombinowane składające się z worków z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, z bębnow zwijanych z tektury wzmocnionych obręczami metalowymi z dnami i wiekami z tworzywa drzewnego, pojemności 35 i 50 l, o wysokości 325 ± 10 mm lub 450 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm lub z worków polietylenowych i beczek drewnianych wg PN-76/O-79351.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań, ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/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, 2.4.10.
- b) nalepkę ostrzegawczą wg wzoru nr 6.1 A RID/ADR — „materiały szkodliwe dla zdrowia“.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania transportowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Szczawian potasowy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych (temperatura nie wyższa niż 30°C , wilgotność nie wyższa niż 50%) pomieszczeniach magazynowych. Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek i beczek drewnianych 4, dla palet skrzynkowych z drutu 3, dla bębnow tekturowych 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata od daty produkcji.

4.4. Transport. Szczawian potasowy jest materiałem niebezpiecznym: klasa 6.1 punkt 67c, liczba marginesowa 601 RID i klasa 6.1, punkt 67c, liczba marginesowa 2601 ADR.

Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami, zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych wynosi 4, dla beczek drewnianych 3, dla palet skrzynkowych z drutu 2, dla bębnow tekturowych 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości szczawianu potasowego (3.2a),
- c) oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości miedzi (3.2g) i żelaza (3.2i),
- i) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości cynku (3.2j) i kadmu (3.2k),
- k) oznaczanie zawartości sodu (3.2l).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg szczawianu potasowego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, natomiast próbki odczynnika 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	Liczba próbek jednostkowych
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 nie zaznaczono inaczej, należy stosować odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

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

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenie wizualnie postać i barwę próbki szczawianu potasowego wg

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

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 szczawianu potasowego

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

5.4.3.2. Odczynnik i roztwory

a) Kwas siarkowy, roztwór (1+3).

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

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,2 g próbki szczawianu potasowego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, rozpuścić w 90 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu siarkowego, ogrzać do temperatury 70°C i miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego (5.4.3.2b), dodając go małymi porcjami, oczekując każdorazowo na odbarwienie się cieczy. Temperatura roztworu nie powinna spadać poniżej 60°C. Pod koniec miareczkowania należy dodać roztwór nadmanganianu potasowego kroplami, aż do wystąpienia trwałego w ciągu 30 s słabioróżowego zabarwienia.

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

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,009212 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

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

m_1 — masa odważki próbki szczawianu potasowego, g,

0,009212 — ilość szczawianu potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o $c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0,1000 \text{ mol/l}$, 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 odczynu pH 5%(m/m) roztworu wykonać wg PN-77/C-04963 p. 2.2.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chlorków

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki szczawianu potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15 ml wody, dodać 6 ml kwasu azotowego i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbką szczawianu potasowego 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. — 0,05 mg Cl^- .

5.4.6. Oznaczanie zawartości siarczanów

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

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki szczawianu potasowego 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 spiekane P-4) i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbką szczawianu potasowego 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 odczynników cz.d.a. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,3 mg SO_4^{2-} .

5.4.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2 g próbki szczawianu potasowego 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.

Próbka szczawianu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze jest mniejsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,04 mg N.

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

Próbka szczawianu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa substancji nierozpuszczalnych nie przekracza:

dla gatunku cz.d.a. — 3 mg,

dla gatunku cz. — 6 mg.

5.4.9. Oznaczanie zawartości miedzi i żelaza

5.4.9.1. Zasada metody. Miedź i żelazo oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej, bezpośrednio z roztworu próbki szczawianu potasowego.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Cu}^{2+}$.

b) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe^{3+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy miedzi i żelaza ($\text{Cu}^{2+} + \text{Fe}^{3+}$). Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml wzorcowych roztworów podstawowych miedzi i żelaza, dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Cu^{2+} i Fe^{3+} .

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: miedziowa i żelazowa z katodami wewnętrznymi.

5.4.9.4. 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, a żelaza — przy 248,3 nm.

Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.9.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,01 g około 10 g próbki szczawianu potasowego, rozpuścić w niewielkiej ilości wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór A).

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

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

5.4.9.7. Wykonanie oznaczania. Pobrać 25,0 ml dla gatunku cz.d.a. lub 5,0 ml dla gatunku cz. roztworu A wg 5.4.9.5 do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B). Następnie zmierzyć absorbancję miedzi i żelaza w tak przygotowanym roztworze B w warunkach podanych w 5.4.9.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie miedzi i żelaza w roztworze.

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

$$X_{2,3} = \frac{a_{1,2} \cdot V_2 \cdot 50 \cdot 100}{m_2 \cdot V_3} \quad (2)$$

w którym:

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

V_2 — objętość roztworu A przygotowanego wg 5.4.9.5 ml,

V_3 — objętość roztworu A pobrana do przygotowania roztworu B, ml,

m_2 — masa odważki próbki szczawianu potasowego, g.

5.4.9.9. 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 ołowiu

5.4.10.1. Zasada metody. Ołów oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki szczawianu potasowego.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b). 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Pb^{2+} .

b) Roztwór wzorcowy roboczy ołowiu (Pb^{2+}), przygotowany przez rozcieńczenie 10 + 90 wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wewnętrzną.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.9.4. Absorbancję ołowiu należy mierzyć przy długości fali 217 lub 283,3 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie skali wzorców i sporządzenie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5; 1,0; 2,0 i 5,0 ml wzorcowego roztworu roboczego ołowiu, dopełnić do kreski i wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, i $5 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję ołowiu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywą wzorcową wg 5.4.9.6.

5.4.10.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję ołowiu w roztworze A wg 5.4.9.5 w warunkach podanych w 5.4.10.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie ołowiu w roztworze.

5.4.10.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość ołowiu (X_4) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym a_3 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml.

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

5.4.11. Oznaczanie zawartości cynku i kadmu

5.4.11.1. Zasada metody. Cynk i kadm oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki szczawianu potasowego.

5.4.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy cynku (Zn^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23. 1 ml

podstawowego roztworu wzorcowego cynku zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy kadmu (Cd^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34. 1 ml podstawowego roztworu wzorcowego kadmu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Cd^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy cynku i kadmu ($\text{Zn}^{2+} + \text{Cd}^{2+}$). Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów podstawowych cynku i kadmu, dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Zn^{2+} i Cd^{2+} .

5.4.11.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: cynkowa i kadmowa z katodami wewnękowymi.

5.4.11.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.9.4. Absorbancję cynku należy mierzyć przy długości fali 213,9 nm, a kadmu — przy 228,8 nm.

5.4.11.5. Przygotowanie skali wzorców i sporządzenie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5; 1,0; 5,0 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.11.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie cynku i kadmu w poszczególnych kolbach wynosi: $5 \cdot 10^{-8}$; $1 \cdot 10^{-7}$; $5 \cdot 10^{-7}$; $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję cynku i kadmu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.11.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe wg 5.4.9.6.

5.4.11.6. Wykonanie oznaczania. Pobrać 10,0 ml roztworu A wg 5.4.9.5 do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Następnie zmierzyć absorbancję cynku i kadmu w tak przygotowanym roztworze w warunkach podanych w 5.4.11.4.

Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie cynku i kadmu w roztworze.

5.4.11.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość cynku (X_5) i kadmu (X_6) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{5,6} = \frac{a_{4,5} \cdot V_2 \cdot 50 \cdot 100}{m_2 \cdot 10} = \frac{a_{4,5} \cdot V_2 \cdot 500}{m_2} \quad (4)$$

w którym $a_{4,5}$ — stężenie odpowiednio cynku i kadmu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml.

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 sodu

5.4.12.1. Zasada metody. Sód oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki szczawianu potasowego.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60. 1 ml wzorco-

wego roztworu podstawowego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .

b) Roztwór wzorcowy roboczy sodu (Na^+), przygotowany przez rozcieńczenie 1 + 99 wzorcowego roztworu podstawowego sodu (5.4.12.2a). 1 ml wzorcowego roztworu roboczego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Na^+ .

5.4.12.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa sodowa z katodą wewnękową.

5.4.12.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.9.4. Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm.

5.4.12.5. Przygotowanie skali wzorców i sporządzenie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0; 3,0; 5,0 i 7,0 ml wzorcowego roztworu roboczego sodu, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie sodu w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-7}$, $3 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ i $7 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję sodu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.12.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywą wzorcową wg 5.4.9.6.

5.4.12.6. Wykonanie oznaczania. Pobrać mikropipetą 1,0 ml roztworu A wg 5.4.9.5 do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Następnie zmierzyć absorbancję sodu w tak przygotowanym roztworze w warunkach podanych w 5.4.12.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie sodu w roztworze.

5.4.12.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu (X_7) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_7 = \frac{a_6 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_2} = \frac{a_6 \cdot V_2 \cdot 10^4}{m_2} \quad (5)$$

w którym a_6 — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml.

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.

5.5. Ocena wyników badań. Partię szczawianu potasowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki szczawianu potasowego 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 szczawianu potasowego 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 — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice. Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-57/C-80562

- a) wprowadzono oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu zamiast oznaczania kwasowości lub zasadowości,
- b) zmodyfikowano metodę oznaczania zawartości siarczanów,
- c) oddzielnie zanormowano miedź, żelazo, ołów, cynk, kadm (metodą absorpcji atomowej) zamiast oznaczania metali ciężkich grupy siarkowodorowej,
- d) wprowadzono oznaczanie zawartości sodu dla gatunku cz.d.a.,
- e) zrezygnowano z oznaczania zawartości azotu ogólnego dla gatunku cz.

Dotychczas obowiązująca PN-57/C-80562 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1990 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-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-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 (redoks)
- PN-77/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 przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-81/M-78216 Palety ładunowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-78/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

PN-84/6414-06 Opakowania z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie bez fałd bocznych zgrzewane

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

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 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. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 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 Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej 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

Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. o substancjach trujących (Dz. U. nr 22, poz. 116 z 1963 r.)

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. Poziom wymagań normy jest zgodny z wymaganiami firm: Merck, BDH, Fluka.

5. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

6. Autorzy projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub i inż. Stanisława Jusis, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.