

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki	6191-186
	Jodan potasowy	Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest jodan potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Jodan potasowy ma:

- wzór chemiczny KJO_3 ,
- masę molową 214,0 g/mol,
- właściwości utleniające — zmieszany z substancjami organicznymi eksploduje po uderzeniu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia jodanu potasowego czystego do analizy:

JODAN POTASOWY cz.d.a. BN-88/6191-186

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Jodan potasowy powinien być białym, krystalicznym proszkiem rozpuszczalnym w wodzie, nierozpuszczalnym w alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość jodanu potasowego (KJO_3), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,8	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), chloratów (ClO_3^-) (j. Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,1
d) Jodków (J^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,004
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
f) Odczyn pH 5% (m/m) roztworu, w granicach	5÷8	5÷8
g) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,004
h) Straty podczas suszenia w $130^\circ C$, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się
i) Suma zawartości ołowiu i miedzi ($Pb^{2+} + Cu^{2+}$), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
j) Żelaza (Fe), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,003
k) Sodu (Na^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,01

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1988, poz. 36)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Jodan 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 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-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając dodatkowo klasę niebezpieczeństwa 5.1 i znak ostrzegawczy nr 5 wg RID/ADR oraz napis „UTLENIACZ-OXIDIZING AGENT” na żółtym pasku.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe do słoi stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu VJC. 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, wzmocnionych obręczami metalowymi, z dnami i wiekami z tworzywa drzewnego, pojemności 35 i 50 l, wysokości 325 ± 10 mm lub 450 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm.

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-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 i 2.4.10.

b) nalepkę ostrzegawczą wzór nr 5 wg RID/ADR — „materiały działające zapalająco lub nadtlutki organiczne”.

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

4.3. Przechowywanie. Jodan potasowy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%). Nie może on być przechowywany z substancjami organicznymi.

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek i beczek drewnianych — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnów z tektury — 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Jodan potasowy jest materiałem niebezpiecznym, klasa niebezpieczeństwa 5.1 wg RID/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 palet skrzynkowych z drutu — 2, dla bębnów z tektury — 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości jodanu potasowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków i chloranów ($j.Cl$) (3.2c),
- oznaczanie zawartości jodków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie odczynu pH 5% (m/m) roztworu (3.2f),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2g),
- oznaczanie strat suszenia (3.2h),
- oznaczanie sumy zawartości ołowiu i miedzi (3.2i) oraz żelaza (3.2j),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2k).

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

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	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 160	10

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

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

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki jodanu potasowego 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 jodanu potasowego

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość jodanu potasowego oznacza się jodometrycznie za pomocą mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Jodek potasowy.
- b) Kwas solny, $\rho(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$.
- c) Skrobia, roztwór 1%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.61.
- d) Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.2.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g próbki jodanu potasowego z dokładnością do 0,0002 g, następnie rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 200 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać pipetą 20,0 ml roztworu do kolby stożkowej pojemności 200 ml, dodać 3 g jodku potasowego, 5 ml kwasu solnego, wymieszać, dodać $50 \div 75 \text{ ml}$ wody i miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi. Miareczkowanie prowadzić do odbarwienia roztworu.

Równolegle z oznaczaniem należy wykonać ślepią próbę. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć 100 ml wody, dodać 3 g jodku potasowego, 5 ml roztworu kwasu solnego i miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego w taki sam sposób, jak roztwór próbki jodanu potasowego.

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

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,003567 \cdot 100 \cdot 200}{m_1 \cdot 20} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 3,567}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

V_1 — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania próby ślepej, ml,

m_1 — masa odważki próbki jodanu potasowego, g,

0,003567 — ilość jodanu potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

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

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 60 g próbki jodanu potasowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 1200 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Próbka jodanu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,

dla odczynnika cz. — 6 mg.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chlorków, chloranów (jako Cl)

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

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

b) Siarczan hydrazyny, roztwór 10%(m/m).

c) Papierek jodoskrobiowy przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.52.

5.4.5.2. Przygotowanie próbki do oznaczania. 0,25 g próbki jodanu potasowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15 ml wody, dodać 5 ml roztworu kwasu siarkowego, 6 ml siarczanu hydrazyny, 6 ml kwasu azotowego (5.4.5.1a) i wymieszać. Następnie roztwór ogrzewać na elektrycznej płycie grzejnej z regulacją w temperaturze 200°C do całkowitego wydzielania jodu (sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym). Rozcieńczyć do pierwotnej objętości i ochłodzić. Po ochłodzeniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Pobrać 20,0 ml roztworu otrzymanego wg 5.4.5.2 i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

Jednocześnie przygotować roztwór porównawczy zawierający:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,25 mg Cl^-

oraz 5 ml roztworu kwasu siarkowego, 6 ml roztworu siarczanu hydrazyny i 6 ml kwasu azotowego (5.4.5.1a). Po wymieszaniu dopełnić objętość roztworu wodą do 100 ml, pobrać 20,0 ml tak przygotowanego roztworu i dalej postępować jak z próbką jodanu potasowego.

Próbka jodanu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 15 min zmętnienie roztworu badanego jest mniejsze lub równe zmętnieniu w roztworze porównawczym.

5.4.6. Oznaczanie zawartości jodków

5.4.6.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na reakcji utleniania jodków jodanem potasowym w środowisku kwasu siarkowego. Wydzielony jod ekstrahuje się do warstwy benzenowej i porównuje intensywność zabarwienia warstwy benzenowej w roztworze badanym i porównawczym.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Benzen.

b) Jodan potasowy.

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

d) Roztwór wzorcowy podstawowy jodków (J^-), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.33.

e) Roztwór wzorcowy roboczy jodków (J^-), przygotowany przez rozcieńczenie 1+99 roztworu wzorcowego podstawowego jodków (5.4.6.2d). 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera 0,01 mg J^- .

5.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbki jodanu potasowego z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 75 ml wody. Roztwór przelać do cylindra pomiarowego z doszlifowanym korkiem pojemności 100 ml, dodać 0,5 ml roztworu kwasu siarkowego, 10 ml benzenu i silnie wstrząsać przez 1 min.

Próbka jodanu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy benzenowej jest mniejsze lub równe zabarwieniu warstwy benzenowej roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,1 g jodanu potasowego, 0,5 ml roztworu kwasu siarkowego, 10 ml benzenu oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg J^- ,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg J^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 oraz:

a) Chlorowodorek hydroksylaminy.

b) Papierek jodoskrobiowy, przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.52.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g próbki jodanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 25 ml wody, dodać 0,3 g chlorowodoru hydroksylaminy. Gotować do całkowitego usunięcia jodu (sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym). Ochłodzić i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p.2.3.

Próbka jodanu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe 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. — 0,025 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg SO_4^{2-} .

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

5.4.9. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2,5 g próbki jodanu 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. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

Próbka jodanu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zabarwieniu w roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg N.

5.4.10. Oznaczanie strat suszenia. Odważyć 10 g próbki jodanu potasowego z dokładnością do 0,0002 g. Następnie umieścić w szerokim naczynku wagowym uprzednio wysuszonym do stałej masy. Naczynko

umieścić w suszarce i suszyć odczynnik w temperaturze 130°C do stałej masy.

Próbka jodanu potasowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli ubytek masy nie przekracza 5 mg dla odczynnika cz.d.a.

5.4.11. Oznaczanie zawartości żelaza oraz sumy zawartości miedzi i ołowiu

5.4.11.1. Zasada metody. Żelazo, miedź i ołów oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej, bezpośrednio z roztworu próbki jodanu potasowego.

5.4.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie cz., $\rho(HNO_3) = 1,4$ g/ml.

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

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

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

e) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Cu^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml roztworów (5.4.11.2b), d) i 10,0 ml roztworu (5.4.11.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Cu^{2+} i Fe^{3+} oraz $1 \cdot 10^{-4}$ g jonów Pb^{2+} .

5.4.11.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

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

5.4.11.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję miedzi należy mierzyć przy długości fali 324,7 nm, ołowiu — przy 217 lub 283,3 nm, a żelaza — przy 283,3 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.11.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,01 g około 8 g próbki jodanu potasowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 0,5 ml kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór A).

5.4.11.6. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 1,0; 2,5; 5,0 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.11.2e), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie miedzi i żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: 0; $1 \cdot 10^{-7}$, $2,5 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml, natomiast ołowiu: 0; $1 \cdot 10^{-6}$, $2,5 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$ i $1 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi, ołowiu i żelaza w przygotowanych roztworach skali wzorców, w warunkach podanych w p. 5.4.11.4, a z uzyskanych wyników spo-

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

rzędzić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.11.7. Wykonanie oznaczania. Pobrać 25,0 ml dla gatunku cz.d.a. lub 5,0 ml dla gatunku cz. roztworu A wg 5.4.11.5 do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B). Następnie zmierzyć absorbancję miedzi i żelaza w roztworze B, natomiast ołowiu w roztworze A, w warunkach podanych w 5.4.11.4.

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

5.4.11.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość ołowiu (X_2) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

a_1 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_3 — objętość roztworu A wg 5.4.11.5, ml,

m_2 — masa odważki próbki jodanu potasowego, g, natomiast zawartość miedzi (X_3) i żelaza (X_4) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{3,4} = \frac{a_{2,3} \cdot V_3 \cdot 50 \cdot 100}{m_2 \cdot V_4} \quad (3)$$

w którym:

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

V_4 — objętość roztworu A wzięta do przygotowania roztworu B, ml.

Sumę zawartości (X_5) ołowiu i miedzi obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_5 = X_2 + X_3 \quad (4)$$

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

5.4.12. Oznaczanie zawartości sodu

5.4.12.1. Zasada metody. Sód oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu wodnego jodanu potasowego.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny spektralnie cz., $\rho(\text{HCl}) = 1,19$ g/ml.

b) Tlenek lantanowy, roztwór 1,5 $\%(m/m)$. Odważyć 4,5 g tlenku lantanowego z dokładnością do 0,01 g, zwilżyć wodą, dodać 2,5 ml kwasu solnego i 250 ml wody. Ogrzać do rozpuszczenia. Roztwór ochłodzić i dopełnić wodą do objętości 300 ml.

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

d) Roztwór wzorcowy roboczy sodu (Na^+), otrzymany przez rozcieńczenie 1+99 roztworu 5.4.12.2c). 1 ml

roztworu wzorcowego robczego 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 wnąkową.

5.4.12.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.11.4. Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm.

5.4.12.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0, 5,0, 10,0 i 20,0 ml roztworu wzorcowego robczego sodu (5.4.12.2d), dodać po 1 ml kwasu solnego, 10 ml roztworu tlenku lantanowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie sodu w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję sodu w przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywą wzorcową wg 5.4.11.6.

5.4.12.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g próbki jodanu potasowego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, dodać 1 ml kwasu solnego i 10 ml roztworu tlenku lantanowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję sodu w warunkach podanych w p. 5.4.12.4, a z krzywej wzorcowej odczytać stężenie sodu w roztworze.

5.4.12.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu (X_6) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_4 \cdot V_5 \cdot 100}{m_3} \quad (5)$$

w którym:

a_4 — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_5 — objętość roztworu próbki jodanu potasowego, ml,

m_3 — masa odważki próbki jodanu potasowego, g.

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

5.5. Ocena wyników badań. Partię jodanu potasowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki jodanu 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 jodanu potasowego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-54/C-80071

a) wprowadzono oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu zamiast oznaczania zawartości wolnego kwasu jodowego i wodorotlenku potasowego,

b) wprowadzono oznaczanie strat podczas suszenia w 130°C,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości sodu metodą absorpcji atomowej,

d) wprowadzono oznaczanie zawartości azotu ogólnego,

e) wprowadzono oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+} i Cu^{2+}) metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem,

f) zmodyfikowano metody oznaczania chlorków i siarczanów,

g) wprowadzono oznaczanie zawartości żelaza metodą absorpcji atomowej zamiast metody kolorometrycznej z kwasem sulfasalicylowym.

Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80071 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1989 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-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

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

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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-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 ujętymi w nowym wydaniu przepisów z dnia 1 kwietnia 1978 r.

Konwencja międzynarodowa o przewozie kolejami (COTIF), Załącznik B do przepisów ujednoliconych do umowy o międzynarodowym przewozie towarów kolejami (CIM). Aneks I Regulaminu dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID) z dnia 1 maja 1985 r. (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszą zmianą (Dz. TiZK nr 5, poz. 49 z 1986 r.)

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 ze zmianą (Dz. U. nr 42, poz. 206 z 1986 r.)

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

4. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Autorzy projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, Irena Sienkiewicz, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

6. Informacja dotycząca legalnych roztworów wzorcowych do absorpcji atomowej. Legalne roztwory wzorcowe do absorpcji atomowej o stężeniach 1 mg Me^{n+} /ml są produkowane przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów „Wzormat” 00-139 Warszawa, ul. Elektoralna 2.