

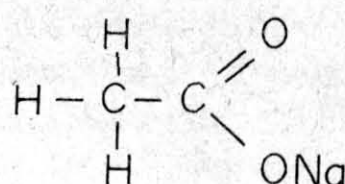
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Odczynniki Octan sodowy bezwodny	6191-26
		Zamiast BN-64/6191-26
		Grupa katalogowa 1054

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest octan sodowy bezwodny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Octan sodowy bezwodny ma:

- a) wzór chemiczny $C_2H_3O_2Na$,
b) wzór strukturalny:



- c) masę molową — 82,04 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki octanu sodowego bezwodnego, oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia octanu sodowego bezwodnego czystego do analizy:

OCTAN SODOWY BEZWODNY cz.d.a. BN-90/6191-26

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan sodowy bezwodny powinien mieć postać białego proszku higroskopijnego rozpuszczalnego w wodzie, trudno rozpuszczalnego w alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Octanu sodowego bezwodnego ($C_2H_3O_2Na$) $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancje nierozpuszczalne w wodzie $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,02
c) pH 5% $\%(m/m)$ roztworu	7,5 ÷ 9,2	7,5 ÷ 9,5
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,01
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
h) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Glinu (Al^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
j) Magnezu (Mg^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,002
k) Wapnia (Ca^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,005
l) Cynku (Zn^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,003
ł) Potasu (K^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,03	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
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)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Octan sodowy bezwodny należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, wyłożone podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Słoje z tworzywa sztucznego zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, uszczelnione przez zaspawanie otworu krążkiem papierowym powlekany polietylenem ze stożkiem lub uszczelnione nakrętką samouszczelniającą.

Masa netto: 250, 500 i 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą, dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-89/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 i PN-76/O-79251, dla preparatu higroskopijnego. Octan sodowy bezwodny jest odczynnikiem nie zagrażającym bezpieczeństwu.

4.2.3. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy A i odmiany a. Pojedyncze słoiki w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i pakować w jednej warstwie.

Opakowania transportowe stanowią również worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, umieszczone w bębnach tekturowych.

Masa netto — do 30 kg.

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 niż ww. opakowania i ma wymiary zgodne z PN-89/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając dodatkowo: znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, p. 2.4.3 i p. 2.4.4.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-89/M-78216. Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Octan sodowy bezwodny należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w pomieszczeniach suchych o zawartości wilgoci poniżej 50%, przewiewnych, w temperaturze 15 ÷ 30°C, w przechowywaniu układać w 4 warstwach. Okres gwarancji — 12 miesięcy.

4.5. Transport. Octan sodowy bezwodny nie jest materiałem niebezpiecznym, nie podlega przepisom RID/ADR, może być transportowany dowolnym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾. Do środka transportowego układać w 3 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości octanu sodowego bezwodnego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5% roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości glinu (3.2i),
- oznaczanie zawartości magnezu (3.2j),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2k),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2l),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Probki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- liczbę próbek jednostkowych wg PN-88/C-80047 p. 3.2.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną, a do oznaczania metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej — wodę redestylowaną. Ważenie do stałej masy należy interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Ocenie wizualnie postać i barwę próbki octanu sodowego bezwodnego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i p. 2.1.2. Rozpuszczalność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.3.3. Oznaczanie zawartości octanu sodowego bezwodnego

5.3.3.1. Zasada metody. Zawartość octanu sodowego bezwodnego oznacza się miareczkowo, za pomocą mianowanego roztworu kwasu nadchlorowego, w środowisku niewodnym, wobec wskaźnika α -naftelobenzoiny.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Bezwodnik kwasu octowego.
- Kwas nadchlorowy, roztwór mianowany o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Kwas octowy lodowaty o zawartości co najmniej 99,8%.

d) α -naftolobenzoiny, roztwór 0,2%(m/m) w kwasie octowym przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.8.15.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,25 g próbki octanu sodowego bezwodnego z dokładnością

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

do 0,0002 g, przenieść do suchej kolby stożkowej pojemności 300 ml. Rozpuścić w 30 ml kwasu octowego, następnie dodać 5 ml bezwodnika kwasu octowego i miareczkować roztworem kwasu nadchlorowego wobec α -naftolo-benzoiny, do zmiany zabarwienia roztworu z pomarańczowej na jasnozieloną.

5.3.3.4. Obliczanie wyników oznaczania zawartości octanu sodowego bezwodnego (X) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,08204 \cdot 100}{m} = \frac{8,204 \cdot V}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu kwasu nadchlorowego o stężeniu $c(\text{HClO}_4) = 0,1000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m — masa badanego octanu sodowego bezwodnego, g,

0,08204 — ilość octanu sodowego bezwodnego odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu nadchlorowego, o $c(\text{HClO}_4) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

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

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 30 g badanego octanu sodu bezwodnego, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 400 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany octan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeśli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 3,0 mg,

dla odczynnika cz. — 6,0 mg.

5.3.5. Oznaczanie pH 5% roztworu. 5,00 g badanego octanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 95 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-77/C-04963.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego octanu sodowego bezwodnego odważonego z dokładnością 0,01 g rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 sposobem A. Badany octan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego octanu sodowego bezwodnego, odważonego z dokładnością 0,01 g rozpuścić w 45 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany octan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3 oraz kwas azotowy o $d = 1,15 \text{ g/ml}$.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego octanu sodowego bezwodnego dla gatunku cz.d.a. i 2 g dla gatunku cz. odważyć z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 10 ml wody, dodać 7,5 ml kwasu azotowego, wymieszać, wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5.

Badany octan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg PO_4^{3-} .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczenia. 1 g badanego octanu sodowego bezwodnego odważyć z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4. Do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+} .

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

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/03 p. 4.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczenia. 1 g badanego octanu sodowego bezwodnego, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 7.

Badany octan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. — 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.11. Oznaczanie zawartości glinu (Al^{3+})

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Aluminon — roztwór 0,1 $\%(m/m)$.

b) Kwas octowy lodowaty.

c) Octan amonu roztwór 5 $\%(m/m)$.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Al^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony wodą w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Al^{3+} .

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g octanu sodowego bezwodnego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 0,4 ml kwasu octowego i 2 ml octanu amonowego w celu doprowadzenia do pH roztworu $5 \div 5,5$. Następnie dodać 2 ml aluminonu.

Badany octan sodowy bezwodny cz.d.a. odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w 20 ml wody:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Al^{3+} ;

0,1 ml kwasu octowego, 2 ml octanu amonowego (pH $5 \div 5,5$) oraz 2 ml aluminonu.

5.3.12. Oznaczanie zawartości magnezu i wapnia (Ca^{2+} , Mg^{2+})

5.3.12.1. Zasada metody. Magnez i wapń oznacza się techniką płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.12.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z magnezową katodą wnękową.

c) Lampa z wapniową katodą wnękową.

5.3.12.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy nie zawierający jonów (Ca^{2+} , Mg^{2+}), roztwór o gęstości $d(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,06 \text{ g/ml}$.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a), rozcieńczony wodą w stosunku 1+99.

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

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70 rozcieńczony wodą w stosunku 1+99.

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

d) Węglan sodowy bezwodny spektralnie czysty.

e) Roztwór octanu sodowego przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 200 ml uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną wprowadzić 12,90 g węglanu sodowego bezwodnego spektralnie czystego oraz ostrożnie kroplami wprowadzić 18,5 ml kwasu octowego, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

5.3.12.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie zawartości magnezu należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla posiadanego aparatu. Magnez należy oznaczać przy długości fali 285, 2 nm. Oznaczania zawartości wapnia należy wykonać w płomieniu acetylen-podtlenek azotu w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla posiadanego aparatu przy długości fali 422,7 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.12.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do każdej z sześciu kolb pomiarowych pojemności 50 ml, uprzednio wytrawionych kwasem solnym i wypłukanych wodą redestylowaną, odmierzyć 25 ml

roztworu octanu sodu przygotowanego wg 5.3.12.3e) oraz kolejno 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 ml każdego z rozcieńczonych roztworów wzorcowych wapnia i magnezu, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie magnezu i wapnia w poszczególnych kolbach wynoszą odpowiednio: 0, $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $3 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7} \text{ g/ml}$.

Zmierzyć absorbancję magnezu i wapnia w sporządzonych roztworach, stosując do zerowania przyrządu pierwszy z roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.12.6. Wykonanie oznaczenia. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną, wprowadzić 5,00 g badanego octanu sodowego, uprzednio wysuszonego przez 2 h w suszarce w temperaturze 200°C , rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Zmierzyć absorbancję magnezu i wapnia w sporządzonym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość magnezu (X_1) i wapnia (X_2) w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_{1,2} = \frac{C_{1,2} V_1 \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

C_1 — stężenie magnezu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

C_2 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość roztworu A przygotowanego do pomiaru, ml,

m_1 — odważka badanego octanu sodowego, g.

5.3.13. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.13.1. Zasada metody. Cynk oznacza się techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej, metodą krzywej wzorcowej.

5.3.13.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z cynkową katodą wnękową.

5.3.13.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o $d(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$ oraz o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$.

b) Roztwór wzorcowy, zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego o $d(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, rozcieńczyć wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

1 ml roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Zn}^{2+}$.

Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1:99 kwasem azotowym o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$.

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

c) Roztwór octanu sodowego przygotowany wg 5.3.12.3e).

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

Cynk należy oznaczać przy długości fali 213,8 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.13.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do każdej z sześciu kolb pomiarowych pojemności 50 ml, uprzednio wytrawionych kwasem solnym i wypłukanych wodą redestylowaną, odmierzyć 10 ml roztworu przygotowanego wg 5.3.12.3e) oraz kolejno: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku. Każdą z kolb uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie cynku w poszczególnych kolbach wynosi odpowiednio: $0, 1 \cdot 10^{-7}, 2 \cdot 10^{-7}, 3 \cdot 10^{-7}, 4 \cdot 10^{-7}, 5 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję cynku w sporządzonych roztworach, stosując do zerowania przyrządu pierwszy z roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.13.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną odmierzyć 20,00 ml badanego roztworu octanu sodu przygotowanego wg 5.3.12.6, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zmierzyć absorbancję cynku w sporządzonym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

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

$$X_3 = \frac{2,5 \cdot C_3 \cdot V_1 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

C_3 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość roztworu A wg 5.3.12.6, przygotowanego do pomiaru, ml,

m_2 — odważka badanego octanu sodowego wg 5.3.12.6, g.

5.3.14. Oznaczanie zawartości potasu (KK^+)

5.3.14.1. Zasada metody. Potas oznacza się techniką fotometrii płomieniowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.14.2. Aparatura i przyrządy wg PN-88/C-04953

5.3.14.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy nie zawierający jonów K^+ , roztwór o gęstości $d(CH_3COOH) = 1,06$ g/ml.

b) Chlorek sodowy spektralnie czysty.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49a) rozcieńczony wodą w stosunku 10+90.

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

d) Roztwór octanu sodowego przygotowany w następujący sposób: Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną wprowadzić 3,60 g chloru sodu spektralnie czystego oraz ostrożnie kroplami wprowadzić 3,50 ml kwasu octowego, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

5.3.14.4. Warunki fotometrowania. Oznaczania należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pomiaru emisji ustalonych dla posiadanego fotometru płomieniowego z użyciem odpowiedniego dla potasu filtru interferencyjnego lub monochromatora przy długości fali linii spektralnej 766,5 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.14.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 50 ml, uprzednio wytrawionych kwasem solnym i wypłukanych wodą redestylowaną, odmierzyć 10,0 ml roztworu octanu sodowego przygotowanego wg 5.3.14d) oraz kolejno: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego potasu, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie potasu w poszczególnych kolbach wynosi odpowiednio: $0, 1 \cdot 10^{-6}, 2 \cdot 10^{-6}, 3 \cdot 10^{-6}, 4 \cdot 10^{-6}, 5 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć emisję w tak przygotowanych roztworach, stosując do zerowania przyrządu pierwszy z roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.14.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną, odmierzyć 10,0 ml roztworu A, przygotowanego wg 5.3.12.6, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć emisję roztworu w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość potasu (X_4) w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{c_4 \cdot V_1 \cdot 500}{m_1} \quad (4)$$

w którym:

c_4 — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość roztworu A wg 5.3.12.6, ml,

m_1 — odważka badanego octanu sodowego wg 5.3.12.6, 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-64/6191-26

a) zmieniono metodę oznaczania zawartości octanu sodowego bezwodnego,

b) zaostorzono wymagania dotyczące zawartości chlorków, fosforanów, siarczanów, żelaza,

c) wprowadzono oznaczanie pH 5% roztworu zamiast oznaczania wolnych alkaliów,

d) wprowadzono oznaczanie zawartości wapnia, magnezu i cynku metodą AAS oraz zawartości potasu metodą fotometrii płomieniowej.

e) wprowadzono oznaczanie zawartości glinu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań

PN-82/C-04503 Analiza chemiczna oznaczania małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie i 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-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-88/C-04953 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu metodą fotometrii płomieniowej

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych produktów chemicznych

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

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-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewnianych 800×1200 — EUR

PN-89/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-85/O-79252 Opakowanie transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

BN-84/6833-23 Opakowanie 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.)

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

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.)

4. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Autorzy projektu normy — Danuta Dąbrowska, mgr inż. Hele-

na Czepelak, mgr inż. Ewa Chmielewska — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” — Gliwice.