

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Odczynniki Dwutlenek ołowiu	6191-12
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Tablica 1

Przedmiotem normy jest dwutlenek ołowiu stosowany jako odczynnik chemiczny.

Dwutlenek ołowiu ma:

- wzór chemiczny PbO_2 ,
- masę cząsteczkową 239,19.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń ustala się dwa gatunki dwutlenku ołowiu, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia dwutlenku ołowiu czystego do analizy:

DWUTLENEK OŁOWIU cz.d.a. BN-77/6191-12

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwutlenek ołowiu powinien mieć postać czarnoszarego lub ciemnobrunatnego krystalicznego lub bezpostaciowego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie, rozpuszczalnego w kwasie solnym z wydzieleniem chloru, w rozcieńczonym kwasie azotowym w obecności H_2O_2 , $H_2C_2O_4$ lub innych reduktorów, w gorących stężonych roztworach wodorotlenku sodowego lub potasowego.

3.2. Wymagania szczegółowe — wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Dwutlenek ołowiu należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Dwutlenku ołowiu (PbO_2), %, nie mniej niż	97,0	93,0
b) Substancji, nierozpuszczalnych w kwasie azotowym, %, nie więcej niż	0,1	0,3
c) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się
d) Węglanów (w przeliczeniu na C), %, nie więcej niż	0,01	0,02
e) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,005	0,02
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,003	0,1
g) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,01
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,01	0,05
i) pH 10-procentowego roztworu wyciągu wodnego	6,5 ÷ 7,5	nie normalizuje się
j) Manganu (Mn^{2+}), %, nie więcej niż	0,0003	0,0005
k) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
l) Suma sodu, potasu i wapnia (Na, K, Ca), %, nie więcej niż	0,3	0,5

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową.

Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 5 kwietnia 1977 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 18/1977 poz. 60)

gorszy od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości dwutlenku ołowiu (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (3.2b),
- oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie zawartości węglanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie pH 10-procentowego roztworu wyciągu wodnego (3.2i),
- oznaczanie zawartości manganu (3.2j),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2k),
- oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki dla odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz., należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii sztuk	Liczba próbek jednostkowych sztuk
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
ponad 101	10

d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 200 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości dwutlenku ołowiu (PbO₂)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Tiosiarczan sodowy, 0,1N roztwór.
- Kwas octowy cz.d.a., 99 ÷ 100-procentowy.
- Octan sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Jod, 0,1N roztwór.
- Skrobia cz.d.a., 1-procentowy roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,4000 g badanego odczynnika umieścić w kolbie stożko-

wej pojemności 500 cm³, dodać 50 cm³ roztworu tiosiarczanu sodowego, wymieszać dokładnie, dodać 40 cm³ roztworu octanu sodowego i 5 cm³ kwasu octowego, przy ciągłym mieszaniu. Następnie dodać 3 cm³ skrobi i miareczkować roztworem jodu do niebieskiego zabarwienia.

Zawartość dwutlenku ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,01196 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- V — ilość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego dodana do roztworu, cm³,
V₁ — ilość ściśle 0,1N roztworu jodu zużyta do miareczkowania, cm³,
m — odważka badanego dwutlenku ołowiu, g,
0,01196 — ilość dwutlenku ołowiu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N tiosiarczanu sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w mieszaninie kwasu azotowego i nadtlenu wodoru

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a., 65-procentowy roztwór.
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., 30-procentowy roztwór.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego odczynnika umieścić w zlewce pojemności 250 cm³. Rozpuścić w mieszaninie składającej się z 32 cm³ wody i 6 cm³ kwasu azotowego, dodając kroplami 2,5 cm³ nadtlenu wodoru.

Roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 105°C szklany tygiel G4, przemyć dokładnie wodą i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C.

Badany dwutlenek ołowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,
dla odczynnika cz. — 6 mg.

5.3.3. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego dwutlenku ołowiu umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 100 cm³ wody, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym, zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie w ciągu 15 min, następnie oziębić, spłukać szkiełko zegarkowe wodą, uzupełnić objętość do 100 cm³, wymieszać i pozostawić do odstania.

Po odstaniu przesączyć roztwór przez twardy sączek, odrzucając pierwsze porcje przesączu.

50 cm³ przesącza (10 g) umieścić w uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 105÷110°C parownicy szklanej i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Suchą pozostałość wysuszyć w suszarce do stałej masy w temperaturze 105÷110°C.

Badany dwutlenek ołowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy: dla odczynnika cz.d.a. — 5 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości węglanów (w prze-liczeniu na C)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek sodowy cz.d.a.
- Wodorotlenek barowy cz.d.a., 3-procentowy roztwór.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony CO₃²⁻ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10+90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg CO₃²⁻

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Do 1,00 g preparatu, umieszczonego w kolbie stożkowej na szlif, dodać 30 cm³ wody niezawierającej CO₂ i dokładnie mieszać. Po dodaniu 0,5 g chlorku sodowego, przesączyć. Do 15 cm³ (około 0,5 g) przesącza dodać 5 cm³ roztworu wodorotlenku barowego, dokładnie zamknąć kolbę i pozostawić na 5 min. Obserwowane zmętnienie nie powinno być większe od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a — 0,25 mg CO₃ (0,05 mg C),
- dla odczynnika cz. — 0,50 mg CO₃ (0,1 mg C).

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11) i 0,1N roztwór.
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., 30-procentowy roztwór.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór przygotowany wg PN-68/C-06500.
- Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-68/C-06500.
- Stop Devarda cz.d.a.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony azotu (N), przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg N.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego odczynnika umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 20 cm³ wody, 5 cm³ kwasu octowego lodowatego i kroplami 3 cm³ roztworu nadtlenku wodoru. Po rozpuszczeniu się prepara-

tu, do roztworu dodać 10 cm³ kwasu siarkowego (1,11), uzupełnić objętość wodą do kreski, dobrze wymieszać i pozostawić do odstania. Po odstaniu zlewarować 50 cm³ (2 g) roztworu i umieścić w kolbie aparatu destylacyjnego, dodać 30 cm³ wody i 0,5 g stopu Devarda. Kolbę połączyć przez łapacz kropel z chłodnicą zakończoną przedłużaczem zanurzonym w odbieralniku, zawierającym 10 cm³ wody i 5 cm³ kwasu siarkowego 0,1N. Przez wkraplacz umieszczony w korku kolby aparatu destylacyjnego, wprowadzić 30 cm³ wodorotlenku sodowego i pozostawić na 1 godz.

Po upływie 1 godz wykonać oznaczenie zgodnie z PN-68/C-04527.

Badany dwutlenek ołowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia powstałego w roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości dodawanych odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg N,
- dla odczynnika cz. — 0,4 mg N.

5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Octan amonowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.
- Chlorek barowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.
- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Roztwór wzorcowy zawierający jony SO₄²⁻, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10+90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg SO₄²⁻.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego dwutlenku ołowiu umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 10 cm³ roztworu octanu amonowego i 50 cm³ wody.

Zawartość zlewki zagotować, następnie oziębć, uzupełnić objętość roztworu wodą do 60 cm³, wymieszać i pozostawić do odstania.

Po odstaniu przesączyć przez twardy sącdek, odrzucając pierwsze porcje przesącza.

Pobrać 30 cm³ otrzymanego przesącza (5 g) dla odczynnika cz.d.a. oraz 0,9 cm³ (0,15 g) dla odczynnika cz., umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić objętość roztworu wodą do 30 cm³, dodać 2 cm³ kwasu solnego i 2 cm³ chlorku barowego.

Badany dwutlenek ołowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po upływie 1 godz nie będzie intensywniejsze od zmętnienia powstałego w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,15 mg SO₄²⁻.

dla odczynnika cz. — 0,15 mg SO_4^{2-} ,

5.3.7. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., 6-procentowy roztwór.
- Azotan srebra cz.d.a., 0,1N roztwór.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony (Cl^-), przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego dwutlenku ołowiu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm^3 dodać 10 cm^3 kwasu azotowego, a następnie dodawać powoli nadtlenek wodoru do całkowitego rozpuszczenia się preparatu (10 cm^3).

Zawartość kolbki ogrzać do wrzenia, oziębć, uzupełnić objętość roztworu wodą do 50 cm^3 i dodać 2 cm^3 azotanu srebra. Badany dwutlenek ołowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w roztworze badanym po upływie 5 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji powstałej w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- .

5.3.8. Oznaczanie pH 10-procentowego roztworu wyciągu wodnego. 10,00 g badanego dwutlenku ołowiu umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 i wytrząsać w ciągu 5 min z 80 cm^3 gorącej wody uprzednio przedestylowanej o pH 6,5÷7,1, po oziębieniu uzupełnić objętość roztworu tą samą wodą do kreski, wymieszać i pozostawić do odstania.

Po odstaniu przesączyć przez suchy sączek, odrzucając pierwsze porcje przesączu.

Zmierzyć na pehametrze pH otrzymanego przesączu.

5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza, manganu i miedzi

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy spektr. cz., stężony i rozcieńczony (1+1).
- Kwas solny spektr. cz., rozcieńczony (1,12).
- Chlorek ołowiu spektr. cz.
- Roztwory wzorcowe zawierające w 1 cm^3 po 1 mg Fe, Mn, Cu, przygotowane w następujący sposób: 0,1000 g Fe, 0,1000 g Cu 0,1000 g Mn spektr. cz. umieścić w zlewkach pojemności 50 cm^3 , rozpuścić ogrzewając pod przykryciem w

niewielkim nadmiarze kwasu azotowego stężonego. Po rozpuszczeniu ogrzać roztwory do odpędzenia nadmiaru kwasu azotowego, przenieść ilościowo do kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 i rozcieńczyć wodą do kreski. Otrzymane roztwory wzorcowe zawierające $1 \cdot 10^{-3}$ g Me/ cm^3 .

Rozcieńczone roztwory wzorcowe o stężeniu $1 \cdot 10^{-4}$ g Me/ cm^3 i $1 \cdot 10^{-5}$ g Me/ cm^3 przygotować bezpośrednio przed użyciem przez kolejne rozcieńczenie wodą 10+90.

e) Wywoływacz ID-2 rozcieńczony przed użyciem wodą 1+2.

f) Utrwalacz zwykły kwaśny, przygotowany w następujący sposób: rozpuścić kolejno w wodzie 400 g tiosiarczanu sodowego i 25 g pirosiarczynu potasowego, uzupełnić objętość roztworu wodą do 1000 cm^3 i wymieszać.

g) Woda utleniona cz.d.a., 30-procentowy roztwór.

5.3.9.2. Aparatura

- Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji.
- Generator łuku prądu stałego.
- Mikrofotometr nierejestrujący.
- Spektroprojektor.
- Elektrody grafitowe spektr. cz. produkcji CSRS typu SU-305 i SU-202 i średnicy 6 mm (SU-305 o głębokości kraterka 4,6 mm SU-202 z zakończeniem stożkowym).
- Płyty fotograficzne Agfa-Gevaert 34B50.
- Waga torsyjna.
- Promiennik podczerwieni.
- Tygły kwarcowe pojemności 25 cm^3 .

5.3.9.3. Przygotowanie próbek wzorcowych. Do czterech tygla kwarcowych pojemności 25 cm^3 wprowadzić kolejno: 9,9670; 9,9967 g, 10,0000 g i 10,0000 g spektralnie czystego chlorku ołowianego.

Do pierwszego tygla dodać 10 cm^3 roztworu wzorcowego Fe o stężeniu $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe/ cm^3 i po 1 cm^3 roztworów wzorcowych Mn i Cu o stężeniu $1 \cdot 10^{-3}$ g Me/ cm^3 .

Do drugiego tygla dodać 1 cm^3 roztworu wzorcowego Fe o stężeniu $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe/ cm^3 i po 1 cm^3 roztworów wzorcowych Mn, Cu o stężeniu $1 \cdot 10^{-4}$ g Me/ cm^3 . Do trzeciego tygla dodać 3 cm^3 roztworu wzorcowego żelaza o stężeniu $1 \cdot 10^{-4}$ g Fe/ cm^3 i po 3 cm^3 roztworów wzorcowych Mn i Cu o stężeniu $1 \cdot 10^{-5}$ g Me/ cm^3 .

Do czwartego tygla dodać 1 cm^3 roztworu wzorcowego żelaza o stężeniu $1 \cdot 10^{-4}$ g Fe/ cm^3 i po 1 cm^3 roztworów wzorcowych Cu i Mn o stężeniu $1 \cdot 10^{-5}$ g Me/ cm^3 . Zawartość tygla odparować pod promiennikiem podczerwieni w boksie z winiduru i pleksiglasu. Suchą pozostałość zadać dwukrotnie 1 cm^3 rozcieńczonego kwasu solnego, odparowując

każdorzazowo do sucha. Suchą pozostałość przenieść ilościowo do moździerza agatowego i ucierać przez pół godziny. Przygotowane wzorce przechowywać w szczelnie zamkniętych słoikach z polietylenu.

Zakres stężeń otrzymanych wzorców podano w tabl. 3.

Tablica 3

Nr wzorca	Stężenie pierwiastków w otrzymanych wzorcach, %	
	Fe	Mn, Cu
W-1	$1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-2}$
W-2	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3}$
W-3	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$
W-4	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$

W celu otrzymania krzywej wzorcowej odważyć po 30 mg wzorców od W-4 do W-1 i przenieść ilościowo do kraterków uprzednio przedpalonych w łuku prądu stałego o natężeniu 6 A w ciągu 15 s elektrod grafitowych.

Elektrody z próbkami wzorcowymi przechowywać do momentu wzbudzenia w kasecie z pleksiglasu.

5.3.9.4. Przygotowanie badanej próbki. 1,00 g badanego dwutlenku ołowiu umieścić w uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej, dodać 10 cm³ kwasu solnego i ostrożnie porcjami 5 cm³ wody utlenionej, zawartość parownicy odparować na łaźni wodnej do sucha. Suchą pozostałość przenieść do moździerza agatowego i rozetrzeć w ciągu 5 min, odważyć po 30 mg i przenieść ilościowo do kraterków uprzednio przedpalonych elektrod grafitowych.

5.3.9.5. Wykonanie oznaczania. Naświetlać kolejno na jedną płytkę fotograficzną widmo próbek badanych i próbek wzorcowych w następujących warunkach:

wzbudzenie — łuk prądu stałego o natężeniu 9 A,

odległość między elektrodami 3 mm,

przesłona pośrednia 3,2 mm,

układ optyczny spektrografu (trójsoczewkowe oświetlenie szczeliny) — szerokość szczeliny 0,015 mm,

osłabiacz trójstopniowy o przepuszczalności 10, 50 i 100% — czas ekspozycji 40 s,

elektroda dolna (z kraterkiem) — anoda (+),

elektroda górna (z zakończeniem stożkowym) katoda (—).

W celu otrzymania dokładniejszych wyników wykonać trzy ekspozycje badanej próbki.

Naświetloną płytę fotograficzną wywołać (czas wywoływania 4 min), utrwalić w ciągu 10 min, wypłukać i wysuszyć.

W otrzymanych widmach próbek badanych i próbek wzorcowych wyznaczyć następujące linie analityczne:

Fe 271,9025 nm,

Mn 279,4817 nm,

Cu 324,7540 nm.

Zmierzyć zaczernienie linii analitycznych przy odpowiednio dobranym filtrze oraz tło obok linii w widmach próbek badanych oraz próbek wzorcowych.

Z otrzymanych pomiarów zaczernień linii oraz tła, obok linii w widmach próbek wzorcowych dla poszczególnych oznaczanych pierwiastków wykreślić krzywe analityczne w układzie $\Delta S \lg C$ wg wzoru

$$\Delta S \lg C = S_L - S_t \quad (2)$$

w którym:

S_L — zaczernienie linii analitycznych poszczególnych pierwiastków,

S_t — zaczernienie tła obok linii analitycznej,

C — stężenie danego pierwiastka w próbkach wzorcowych, %.

Na podstawie średnich różnic zaczernień ΔS poszczególnych pierwiastków w próbce badanej odczytać z odpowiednich krzywych analitycznych stężenie oznaczanych pierwiastków. Kologarytm otrzymanych wartości stanowi procentowe stężenie poszczególnych pierwiastków w badanym dwutlenku ołowiu.

Błąd standardowy wynosi dla Fe 20%, Mn 25% i Cu 30%.

5.3.10. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (Na, K, Ca)

5.3.10.1. Aparatura. Fotometr płomieniowy Zeissa, model III:

a) z filtrem interferencyjnym dla Na $\lambda_{max} = 590$ nm,

b) z filtrem interferencyjnym dla K $\lambda_{max} = 623$ nm,

c) z filtrem interferencyjnym dla Ca $\lambda_{max} = 770$ nm.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

b) Woda utleniona cz.d.a., 30-procentowy roztwór.

c) Wzorce zawierające Na, K i Ca przygotowane wg PN-68/C-04953.

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. Do 1,00 g badanego dwutlenku ołowiu dodać 10 cm³ wody, 1 cm³ kwasu azotowego oraz kroplami 1 cm³ wody utlenionej. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia wykonać wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-71/MPCh/F-2108. Niniejsza norma zastępuje ZN-71/MPCh/F-2108, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany:

a) zmieniono metody oznaczania zawartości żelaza, manganu i miedzi; wprowadzono spektralną metodę;

b) wprowadzono oznaczenie zawartości sodu, wapnia i potasu na fotometrze płomieniowym;

c) dostosowano metody badań do zalecenia RWPG PC 4282-73.

3. Normy związane

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo fotometryczna metoda oznaczenia małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 4282-73 Свинец (IV) окись — норма zgodna.