

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-90
	Odczynniki Siarczan sodowy uwodniony	6191-38
		Zamiast BN-78/6191-38
		Grupa katalogowa 1051

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan sodowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan sodowy uwodniony ma:

- a) wzór ogólny —  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę molową — 322,19 g/mol.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Podział.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu sodowego uwodnionego oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia siarczanu sodowego uwodnionego czystego do analizy**

SIARCZAN SODOWY UWODNIONY — cz.d.a. — BN-90/6191-38

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Siarczan sodowy uwodniony ma postać bezbarwnych kryształów łatwo wietrzejących na powietrzu, rozpuszczalnych w wodzie, a nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym.

**3.2. Wymagania chemiczne** — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu sodowego, uwodnionego $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , %( <i>m/m</i> ), nie mniej niż	99,0	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w $\text{H}_2\text{O}$ , %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,002	0,01
c) pH 5%( <i>m/m</i> ) roztworu wodnego	5 ÷ 8	5 ÷ 8
d) Azotu całkowitego (N), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0005	0,003
e) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,001	0,002
f) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0003	0,002
g) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0005	0,001

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
h) Arsenu (As), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,00004	0,0003
i) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0003	0,0008
j) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,002	0,005
k) Magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,0005	0,002
l) Potasu ( $\text{K}^+$ ), %( <i>m/m</i> ), nie więcej niż	0,005	0,01

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Wytyczne ogólne.** Siarczan sodowy uwodniony należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym<sup>1)</sup>.

### 4.2. Pakowanie

**4.2.1. Opakowania jednostkowe** stanowią słoje szklane wykonane zgodnie z BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

**4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych** należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 i PN-76/O-79251.

**4.2.3. Opakowania transportowe** stanowią:

a) skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 odporne na narażenia mechaniczne i sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2 klasy A, odmiany a i rodzaju Z; pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć środkiem amortyzującym w 1 warstwie;

b) bębny tekturowe 50 kg z umieszczonymi w nich workami z folii polietylenowej.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczający produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania oraz mający wymiary zgodne z PN-84/O-79021.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”  
Ustanowiona przez Instytut Chemii Przemysłowej dnia 19 grudnia 1990 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1991 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1991, poz. 5)

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

— znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.10,

— dopuszczalną liczbę warstw składowania — 4,  
— dopuszczalną liczbę warstw ładowania — 3.

**4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

**4.3. Przechowywanie.** Siarczan sodowy uwodniony należy przechowywać w magazynach suchych i przewiewnych zgodnie z PN-87/O-80001, o wilgotności nie wyższej niż 50%.

Okres gwarancji: 2 lata.

**4.4. Transport.** Siarczan sodowy uwodniony nie podlega przepisom RID/ADR; można przewozić go dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi i transportowymi<sup>1)</sup>.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy, dla palet skrzynkowych z drutu — 2 warstwy.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości siarczanu sodowego uwodnionego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2d),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2h),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),
- oznaczanie zawartości magnezu (3.2j),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2k),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2l).

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

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

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Wytyczne ogólne.** Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, zwaną w dalszej treści normy wodą.

**5.3.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych** należy wykonać wg PN-81/C-01055 określając postać wg 2.1.1, barwę — wg 2.1.2 i rozpuszczalność wg 2.2.

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 10H<sub>2</sub>O)

#### 5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień metylowa wskaźnik roztwór alkoholowy 1%(m/m).

b) Kationit KU I lub KU II frakcja 0,3 ÷ 1,5 mm przygotowany w następujący sposób: przez warstwę kationitu o wysokości około 100 ÷ 150 mm i przekroju około 12 ÷ 15 mm przepuścić około 200 ml kwasu solnego rozcieńczonego w stosunku 1:1, o temperaturze 50 ÷ 60°C. Następnie kationit przemyć wodą do odczynu obojętnego wobec papierka uniwersalnego. Nadmiar wody wypuścić, pozostawiając nad kationitem warstwę wody, wysokości 1 ml.

Należy zwracać uwagę, aby w warstwie kationitu nie było pęcherzyków powietrza. Kationit przygotowany wg wyżej podanego sposobu może być wykorzystany do trzech kolejnych oznaczeń zawartości procentowej siarczanu sodowego uwodnionego, po czym należy go zregenerować, postępując w sposób analogiczny jak przy jego przygotowaniu. Kationit należy przechowywać pod warstwą wody.

c) Kwas solny o  $d = 1,19$  g/ml.

d) Wodorotlenek potasowy roztwór 0,1 mol/l.

**5.3.3.2. Aparatura.** Kolumna szklana wypełniona kationitem typu KU I lub KU II.

**5.3.3.3. Wykonanie oznaczania.** Około 0,4000 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 50 ml wody w zlewce pojemności 200 ml. Otrzymany roztwór przepuścić przez kolumnę wypełnioną warstwą kationitu przygotowanego wg 5.3.3.1b) z szybkością 4 ÷ 6 ml/min. Następnie przepłukać zlewkę dwukrotnie 50 ml wody, przepuszczając ją każdorazowo przez warstwę kationitu, po czym kationit przemyć wodą do uzyskania obojętnego odczynu eluatu. Wodę przepuszczać stopniowo dodając nową porcję dopiero wtedy, gdy poprzednia przejdzie przez kolejną i nad warstwą kationitu zostanie warstwa wody wysokości 1 ml. Połączone eluaty, zawierające w stosunku do odważki siarczanu sodowego uwodnionego równoważną ilość kwasu siarkowego otrzymanego w reakcji wymiany kationu sodowego na kation wodoru, miareczkować 0,1 ml/l KOH wodorotlenkiem potasowym wobec czerwieni metylowej do żółtego zabarwienia.

Zawartość siarczanu sodowego obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01611 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość ściśle 0,1 ml/l roztworu wodorotlenku potasowego zużyta do miareczkowania, ml,

$m$  — odważka badanego siarczanu sodowego uwodnionego, g,

0,01611 — ilość siarczanu sodowego uwodnionego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1 ml/l roztworu wodorotlenku potasowego, g.

Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia różniące się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

**5.3.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 60,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 600 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517. Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. — 1,2 mg,
- dla odczynnika cz. — 6,0 mg.

**5.3.5. Oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu**

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-89/C-04963 p. 3.1.2.

**5.3.5.2. Aparatura** — wg PN-89/C-04963 p. 3.1.3. Pehametr powinien umożliwić pomiar z dokładnością do 0,05 jednostek pH.

**5.3.5.3. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 95 ml wody wolnej od dwutlenku węgla i wykonać pomiar pH roztworu wg PN-89/C-04963 p. 3.1.6.

**5.3.5.4. Wynik.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą powyżej 0,1 pH.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego**

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

**5.3.6.2. Aparatura** — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.1.

**5.3.6.3. Wykonanie oznaczania.** 4,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego dla gatunku cz.d.a. i 1,00 g dla gatunku cz. rozpuścić w 150 ml wody w kolbie kulistej aparatu, dodać 1 g stopu Devardy i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.3, 2.4.4. Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg N,
- dla odczynnika cz. — 0,03 mg N.

**5.3.7. Oznaczanie zawartości fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ )**

**5.3.7.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 3,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 15 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5, przez wizualne porównanie barw roztworu badanego i porównawczego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

- odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ ,
- odczynnika cz. — 0,06 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

**5.3.8. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )**

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

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

- odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg  $\text{Cl}^-$ ,
- odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{Cl}^-$ .

**5.3.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )**

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

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

- odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,
- odczynnika cz. — 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$ .

**5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As)**

**5.3.10.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3.

**5.3.10.2. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego dla gatunku cz.d.a. i 1,00 g dla gatunku czysty rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

- odczynnika cz.d.a. — 0,004 mg As,
- odczynnika cz. — 0,003 mg As.

**5.3.11. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe)**

**5.3.11.1. Zasada metody.** Żelazo oznacza się techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

**5.3.11.2. Aparatura i przyrządy**

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z żelazową katodą wnekową.

**5.3.11.3. Odczynniki i roztwory**

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

b) Kwas siarkowy o  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001$  mol/l.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony żelaza  $\text{Fe}^{3+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony w stosunku 1 + 99 roztworem kwasu siarkowego o stężeniu  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001$  mol/l. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Fe}^{3+}$ .

d) Węglan sodu spektralnie czysty. Roztwór przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 500 ml uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną wprowadzić 38,6 g węglanu sodowego spektralnie czystego, zwilżyć wodą, dodać kroplami 10 ml kwasu azotowego, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

**5.3.11.4. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Pomiar należy wykonać przy długości fali 248,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

**5.3.11.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 150 ml odmierzyć po 25 ml roztworu węglanu sodowego spektralnie czystego przygotowanego wg 5.3.11.3d) oraz kolejno 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 ml roztworu rozcieńczonego wzorcowego żelaza, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: 0;  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$ ;  $1 \cdot 10^{-6}$  g/ml.

Zmierzyć absorbancję żelaza w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

Przyrząd zerować na pierwszy z roztworów.

**5.3.11.6. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml wprowadzić 10,00 g badanej próbki, zwilżyć wodą, dodać 5 ml kwasu azotowego, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję żelaza w sporządzonym roztworze. Zawartość żelaza  $X_1$  w  $\%(m/m)$  obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{c_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

$c_1$  — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu A próbki, ml,

$m_1$  — odważka badanej próbki, g.

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

### 5.3.12. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca)

**5.3.12.1. Zasada metody.** Wapń oznacza się techniką absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

#### 5.3.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodu spektralnie czystego. Roztwór przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 100 ml wprowadzić 3,63 g chlorku sodu, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

b) Kwas solny o  $d(\text{HCl}) = 1,18$  g/ml.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony wapnia  $\text{Ca}^{2+}$  przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70, rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Ca}^{2+}$ .

#### 5.3.12.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z wapniową katodą wnątkową.

**5.3.12.4. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen-podtlenek azotu w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla posiadanego aparatu. Wapń należy oznaczać 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 siedmiu kolb pomiarowych pojemności 50 ml uprzednio wytrawionych kwasem solnym i wypłukanych wodą redetylowaną, odmierzyć po 10 ml roztworu chlorku sodu spektralnie czystego przygotowanego wg 5.3.12.2a) oraz kolejno: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 i 7,0 ml i rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie wapnia w poszczególnych roztworach wynosi 0;  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$ ;  $1 \cdot 10^{-6}$ ;  $1,4 \cdot 10^{-6}$  g/ml.

Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

Przyrząd zerować na pierwszej z roztworów.

**5.3.12.6. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redetylowaną, odmierzyć 20 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.11.6, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonym roztworze.

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

$$X_2 = \frac{c_2 \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m_1 \cdot V_2} \quad (3)$$

w którym:

$c_2$  — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu A próbki wg 5.3.10.6 ml,

$V_3$  — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_1$  — odważka badanej próbki wg 5.3.10.6 g,

$V_2$  — objętość pobrana z roztworu A, ml.

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

### 5.3.13. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg)

**5.3.13.1. Zasada metody.** Magnez oznacza się techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

#### 5.3.13.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy o stężeniu  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$  mol/l.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Mg}^{2+}$  przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a) rozcieńczony wodą w stosunku 1+98. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Mg}^{2+}$ .

#### 5.3.13.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z magnezową katodą wnątkową.

**5.3.13.4. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze w optymalnych warunkach pomiaru, ustalonych dla posiadanego aparatu. Magnez należy oznaczać przy długości fali 285,2 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

#### 5.3.13.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej

a) Dla odczynnika czystości cz.d.a.: do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć po 25 ml roztworu węglanu sodu spektralnie czystego przygotowanego wg 5.3.11.3d) oraz kolejno 0; 1,0; 2,0; 3,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego magnezu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie magnezu w poszczególnych kolbach wynosi: 0;  $1 \cdot 10^{-7}$ ;  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $3 \cdot 10^{-7}$  g/ml.

b) Dla odczynnika czystości cz.: do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć po 5 ml roztworu węglanu sodu spektralnie czystego przygotowanego wg 5.3.11.3d) oraz kolejno: 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego magnezu, uzupełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie magnezu w poszczególnych kolbach wynosi 0;  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$  g/ml.

Zmierzyć absorbancję magnezu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić odpowiednie dla każdego gatunku krzywe wzorcowe.

Przyrząd zerować na pierwszy z roztworów.

**5.3.13.6. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć dla odczynnika cz.d.a. 25 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.11.6, a dla odczynnika cz. 5 ml roztworu A, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję magnezu w sporządzonych roztworach w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

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

$$X_3 = \frac{c_3 \cdot V_1 \cdot V_5 \cdot 100}{m_1 \cdot V_4} \quad (4)$$

w którym:

$c_3$  — stężenie magnezu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu A wg 5.3.11.6, ml,

$V_5$  — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

$V_4$  — objętość roztworu pobrana z roztworu A, ml,

$m_1$  — odważka badanej próbki wg 5.3.11.6, g.

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

#### 5.3.14. Oznaczanie zawartości potasu (K)

**5.3.14.1. Zasada metody.** Potas oznacza się techniką emisyjną spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

##### 5.3.14.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $K^+$ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49a), rozcieńczony wodą w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $K^+$ .

**5.3.14.3. Aparatura i przyrządy.** Spektrometr absorpcji atomowej z możliwością pomiaru emisji z kompletnym wyposażeniem.

**5.3.14.4. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu powietrze-acetylen w optymalnych warunkach pomiaru emisji ustalonych dla posiadanego aparatu. Potas należy oznaczać przy długości fali 766,5 nm. Przyrząd należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

**5.3.14.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć po 5 ml roztworu węglanu sodu spektralnie czystego przygotowanego wg 5.3.11.3d) oraz kolejno: 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego potasu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie potasu w poszczególnych kolbach wynosi: 0;  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$  i  $1 \cdot 10^{-6}$  g/ml.

Zmierzyć emisję potasu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

Przyrząd zerować na pierwszy z roztworów.

**5.3.14.6. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uprzednio wytrawionej kwasem solnym i wypłukanej wodą redestylowaną, odmierzyć 10 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.11.6, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zmierzyć emisję potasu w sporządzonym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość potasu  $X_2$  w  $\%(m/m)$  obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{c_4 \cdot V_1 \cdot V_7 \cdot 100}{m_1 \cdot V_6} \quad (5)$$

w którym:

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

$V_1$  — objętość roztworu A wg 5.3.11.6, ml,

$V_7$  — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_1$  — odważka badanej próbki wg 5.3.11.6, g,

$V_6$  — objętość pobrana z roztworu A, ml.

**5.3.14.7. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 10% wyniku niższego.

#### 5.3.15. Oznaczanie zawartości żelaza metodą rodankową<sup>1)</sup>

**5.3.15.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04521/03.

**5.3.15.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 7 przez wizualne porównanie barw roztworu badanego i porównawczego.

Roztwór porównawczy powinien zawierać dla:

odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg  $Fe^{3+}$ ,

odczynnika cz. — 0,04 mg  $Fe^{3+}$ .

#### 5.3.16. Oznaczanie zawartości magnezu metodą żółcieni tytanowej<sup>1)</sup>

##### 5.3.16.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy roztwór 30% $(m/m)$ .

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Mg^{2+}$  przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 99. 1 ml tak rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $Mg^{2+}$ .

c) Żółcień tytanowa, roztwór 0,05% $(m/m)$  świeżo przygotowany.

**5.3.16.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 20 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 50 ml, dodać 0,2 ml roztworu żółcieni tytanowej, 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego i wymieszać.

<sup>1)</sup> W przypadku analizy rozjemczej należy stosować metodę absorpcji atomowej.

Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe zabarwienie po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej sa-

mej objętości te same ilości odczynników oraz dla:

odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg  $Mg^{2+}$ ,  
odczynnika cz. — 0,02 mg  $Mg^{2+}$ .

## K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę.** Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” w Gliwicach.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/6191-38**

a) wyeliminowano oznaczanie wolnych kwasów i alkalii wprowadzając oznaczanie pH,

b) wprowadzono oznaczanie potasu,

c) znowelizowano metody oznaczania żelaza, wapnia i magnezu.

**3. Normy i dokumenty związane**

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

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

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

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-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tycyanianu (rodanku) amonowego

PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-89/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

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-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie, jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydełek, drewniane 800×1200 EUR

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

PN-89/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

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

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

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.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.T.iZ.K. 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.T.iZ.K. Nr 15, poz. 119 z 1981 r. wraz z późniejszymi zmianami).

Ustawa z dnia 1 lutego 1983 r. Prawo o ruchu drogowym (Dz. U. Nr 6, poz. 272 i z 1989 r. Nr 35, poz. 192).

**4. Symbol wg SWW**

Siarczan sodowy uwodniony cz.d.a. — 1331-11,

Siarczan sodowy uwodniony cz. — 1331-42.

**5. Autorzy projektu normy** — inż. Jadwiga Mateusiak, mgr inż. Helena Czepelak — POCh Gliwice.