

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki Szczałwian sodowy	6191-185
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest szczałwian sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Szczałwian sodowy ma:

- wzór sumaryczny $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$,
- wzór budowy $\text{O} = \text{C} - \text{O} - \text{Na}$
 $\text{O} = \text{C} - \text{O} - \text{Na}$
- masę molową 134,008 g/mol,
- właściwości szkodliwe dla zdrowia.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki szczałwianu sodowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczania szczałwianu sodowego czystego do analizy:

SZCZAWIAN SODOWY cz.d.a. BN-88/6191-185

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Szczałwian sodowy 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 szczałwianu sodowego ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,8	99,0
b) Odczyn pH 3 $\%(m/m)$ roztworu, w granicach	7,5÷8,5	nie normalizuje się
c) Wilgoci, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,05
f) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
g) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
h) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
i) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
j) Kadmu (Cd^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
k) Cynku (Zn^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,005
l) Potasu (K^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe

a) Słoje ze szkła brunatnego typu POCh wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02, wyłożoną podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

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

b) Worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06. Masa netto: 35 i 50 kg.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

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

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

- a) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR,
- b) napis „Ostrożnie środek szkodliwy“ pod nazwą odczynnika w języku angielskim (szczawian sodowy zaliczany jest do wykazu BMZiOS¹⁾).

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoików stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC. Pojedyncze słoiki należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową „pneumopak“ lub innym podobnym i układać w pozycji stojącej w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe dla worków z folii polietylenowej stanowią bębny zwijane z tektury wzmocnione 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 lub beczki drewniane wg PN-76/O-79351.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań, ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

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

b) dopuszczalną liczbę warstw składowania wg 4.3 i ładowania wg 4.4.

c) nalepkę ostrzegawczą wg wzoru nr 6.1 A RID/ADR — „materiały szkodliwe dla zdrowia“.

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

4.3. Przechowywanie. Szczawian sodowy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%) pomieszczeniach magazynowych w tzw. magazynach specjalnych przeznaczonych do przechowywania substancji niebezpiecznych.

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

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

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

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

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości szczawianu sodowego (3.2a),
- c) oznaczanie odczynu pH 3%(m/m) roztworu (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wilgoci (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości żelaza, ołowiu, miedzi, cynku i kadmu (3.2g), 3.2h), 3.2i), 3.2j), 3.2k),
- i) oznaczanie zawartości potasu (3.2l).

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

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047, natomiast próbki odczynnika gatunku cz. — zgodnie z PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne. Najmniejsza wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić 100 g, natomiast wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

Tablica 2

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

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości. Ważenie do stałej masy należy interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.4.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki szczawianu sodowego 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 szczawianu sodowego

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

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy, roztwór (1+3).

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

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

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,2 g próbki szczawianu sodowego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, rozpuścić w 90 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu siarkowego, ogrzać do temperatury 70°C miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu wg 5.4.4.2b), dodając go małymi porcjami, oczekując każdorazowo na odbarwienie się cieczy. Temperatura roztworu nie powinna spadać poniżej 60°C. Pod koniec miareczkowania dodawać roztwór nadmanganianu kroplami, aż do wystąpienia trwałego w ciągu 30 s słabioróżowego zabarwienia.

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

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,0067 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

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

m_1 — masa odważki próbki szczawianu sodowego, g,

0,0067 — ilość szczawianu sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

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

5.4.4. Oznaczanie odczynu pH 3%(m/m) roztworu wykonać wg PN-77/C-04963 p. 2.2.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wilgoci

5.4.5.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 10 g próbki szczawianu sodowego z dokładnością do 0,0002 g w naczynku wagowym uprzednio wysuszonym do stałej masy. Naczynko z odważką próbki szczawianu sodowego umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

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

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

m_2 — masa odważki próbki szczawianu sodowego przed suszeniem, g,

m_3 — masa odważki próbki szczawianu sodowego po wysuszeniu, g.

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

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków

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

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g próbki szczawianu sodowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 ml, rozpuścić w 15 ml gorącej wody, dodać 7,5 ml roztworu kwasu azotowego i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka szczawianu sodowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po 15 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

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

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki szczawianu sodowego z dokładnością do 0,01 g w tyglu kwarcowym, spalić i wyprażyć w temperaturze 750°C w piecu elektrycznym przez 2 h. Pozostałość po oziębieniu rozpuścić w 10 ÷ 15 ml wody, (w razie potrzeby przesączyć przez tygiel z wkładką ze szkła spiekane P-4) i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.3.2 dla odczynnika cz.d.a. i p. 2.5.3 dla odczynnika cz. Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka szczawianu sodowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,5 mg SO_4^{2-} .

5.4.8. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2 g próbki szczawianu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 150 ml, rozpuścić w 100 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.

Próbka szczawianu sodowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze jest mniejsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,02 mg N.

5.4.9. Oznaczanie zawartości żelaza, ołowiu, miedzi, cynku i kadmu

5.4.9.1. Zasada metody. Żelazo, ołów, miedź, cynk i kadm oznaczają się bezpośrednio z fazy organicznej metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej po uprzedniej grupowej ekstrakcji tych metali w postaci pirolidynodwutiokarboaminianów ketonem metyloizobutylowym.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Keton metyloizobutylowy (KMIB) do analizy ekstrakcyjnej.

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

c) Kwas solny spektralnie cz., roztwór (1+1).

d) Pirolidynodwutiokarboaminian amonu (APDC), roztwór 3%(m/m).

e) Szczawian sodowy, roztwór 2%(m/m). 10 g szczawianu sodowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 300 ÷ 400 ml wody, doprowadzić odczyn roztworu do pH 4 kwasem solnym wg 5.4.9c), sprawdzając pehametrem, dodać 5 ml roztworu pirolidynodwutiokarboaminianu amonu, dopełnić do objętości 500 ml. przenieść do lejka rozdzielczego i ekstrahować dwoma porcjami po 10 ml ketonu metyloizobutylowego. Po rozdzieleniu się warstw warstwę ketonową odrzucić.

f) Roztwór wzorcowy podstawowy cynku (Zn^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml podstawowego roztworu wzorcowego cynku zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Zn}^{2+}$.

g) Roztwór wzorcowy podstawowy kadmu (Cd^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego kadmu zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Cd}^{2+}$.

h) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Cu}^{2+}$.

i) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Pb}^{2+}$.

j) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Fe}^{3+}$.

k) Roztwór wzorcowy roboczy cynku, kadmu, miedzi, ołowiu i żelaza (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+}). Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml wzorcowych roztworów podstawowych cynku, kadmu, miedzi, ołowiu i żelaza; dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-6} \text{ g}$ poszczególnych jonów.

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: żelazowa, miedziowa, ołowiowa, cynkowa i kadmowa z katodami wnąkowymi.

c) Pehametr.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylonowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję żelaza należy mierzyć przy długości fali 248,3 nm, miedzi — 324,7 nm, ołowiu — 217 lub 283,3 nm, cynku — 213,9 nm, kadmu — 228,8 nm.

Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.9.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 5 g próbki szczawianu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 600 ml, rozpuścić w 400 ml wody, doprowadzić odczyn roztworu do pH 4 kwasem solnym wg 5.4.9.2c), sprawdzając pehametrem. Następnie dodać 5 ml roztworu pirolidynodwutiokarboaminianu amonowego, dopełnić wodą do objętości 500 ml, wymieszać, przenieść do lejka rozdzielczego pojemności 750 ml i ekstrahować 10,0 ml ketonu metyloizobutylowego. Po rozdzieleniu się warstw, warstwę ketonową oddzielić od warstwy wodnej.

5.4.9.6. Przygotowywanie skali wzorców i sporządzenie krzywych wzorcowych. Do czterech zlewek pojemności 150 ml odmierzyć kolejno: 0; 5,0; 10,0 i 25,0 ml roztworu wzorcowego roboczego wg 5.4.9.2k), dodać po 50 ml roztworu szczawianu sodowego wg 5.4.9.2e) i po 5 ml roztworu pirolidynodwutiokarboaminianu amonowego, dopełnić wodą do objętości 100 ml, przenieść do czterech lejek rozdzielczych pojemności 200 ml i ekstrahować 10,0 ml ketonu metyloizobutylowego. Po rozdzieleniu się warstw oddzielić warstwę organiczną od wodnej.

Stężenia poszczególnych jonów w fazie organicznej wynoszą: $0,5 \cdot 10^{-6}$, $1,0 \cdot 10^{-6}$, $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$. Zmierzyć absorbancję miedzi, żelaza i ołowiu w przygotowanej skali wzorców w fazie ketonowej, natomiast absorbancję cynku i kadmu zmierzyć po rozcieńczeniu 1+4 fazy organicznej ketonem metyloizobutylowym — w warunkach podanych w p. 5.4.9.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, fazy organicznej, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.9.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję żelaza, miedzi i ołowiu w ekstrakcie ketonowym przygotowanym wg 5.4.9.5, natomiast absorbancję cynku i kadmu zmierzyć po rozcieńczeniu fazy organicznej 1+4 ketonem metyloizobutylowym. Pomiar wykonać w warunkach podanych w 5.4.9.4 i z krzywych wzorcowych odczytać stężenia żelaza, miedzi, ołowiu, cynku i kadmu.

5.4.9.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_3), miedzi (X_4), ołowiu (X_5), cynku (X_6) i kadmu (X_7) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_{3,4,5,6,7} = \frac{a_{1,2,3,4,5} \cdot V_2 \cdot 100}{m_4} \quad (3)$$

w którym:

$a_{1,2,3,4,5}$ — stężenie odpowiednio żelaza, miedzi, ołowiu, cynku i kadmu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml fazy organicznej,

V_2 — objętość fazy organicznej, ml,

m_4 — masa odważki próbki szczawianu sodowego, g.

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

5.4.10. Oznaczanie zawartości potasu

5.4.10.1. Zasada metody. Potas oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki, korygując interferencje metodą asymilacji matrycy.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Szczawian sodowy spektralnie cz., roztwór 1‰(m/m).

b) Roztwór wzorcowy podstawowy potasu (K^+), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49,

c) Roztwór wzorcowy roboczy potasu (K^+), przygotowany przez rozcieńczenie 10 + 90 roztworu podstawowego (5.4.10.2b). 1 ml roztworu wzorcowego roboczego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g K^+ .

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa potasowa z katodą wnątkową.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.9.4. Absorbancję potasu należy mierzyć przy długości fali 766,5 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 1 g próbki szczawianu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski i wymieszać.

5.4.10.6. Przygotowywanie skali wzorców i sporządzenie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą kolejno: 0, 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 ml roztworu wzorcowego roboczego potasu, dopełnić do kreski roztworem szczawianu sodowego wg 5.4.10.2a) i wymieszać. Stężenie potasu w poszczególnych kolbach wynosi: 0; $1 \cdot 10^{-7}$; $2 \cdot 10^{-7}$; $4 \cdot 10^{-7}$ i $6 \cdot 10^{-7}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję potasu w przygotowanej skali wzorców, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi

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

5.4.10.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję potasu w roztworze przygotowanym wg 5.4.10.5 w warunkach podanych w 5.4.10.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie potasu w roztworze.

5.4.10.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość potasu (X_8) obliczyć w ‰(m/m) wg wzoru

$$X_8 = \frac{a_6 \cdot V_3 \cdot 100}{m_5} \quad (4)$$

w którym:

a_6 — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_3 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.10.5, ml,

m_5 — masa odważki próbki szczawianu sodowego, g.

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

5.5. Ocena wyników badań. Partię szczawianu sodowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki szczawianu sodowego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii szczawianu sodowego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-80574

a) wprowadzono oznaczanie odczynu pH 3‰ roztworu zamiast kwasowości i zasadowości,

b) zaostrzono poziom wymagań dla zawartości chlorków, siarczanów i azotu ogólnego w gatunku cz.d.a.,

c) wprowadzono oznaczanie żelaza metodą absorpcji atomowej,

d) zanormowano oddzielnie zawartość miedzi, ołowiu, cynku i kadmu metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania metali ciężkich w przeliczeniu na ołów,

e) zrezygnowano z oznaczania zawartości zanieczyszczeń organicznych,

f) zrezygnowano z oznaczania zawartości fosforanów,

g) zrezygnowano z oznaczania azotu ogólnego dla gatunku cz.,

h) zrezygnowano z oznaczania zawartości wody dekrepitacyjnej,

i) zrezygnowano z oznaczania zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-80574 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-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)

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

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

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

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

- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR
- 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 transportowe 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. (D.U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4, do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF). (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe 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 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych. (Dz. U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz. U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)
- Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. o substancjach trujących (Dz. U. nr 22, poz. 116 z 1963 r.)
- Rozporządzenie MZ i OS z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

4. Symbole wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

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