

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-89
	Odczynniki Jodan sodowy	6191-190
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

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

- wzór chemiczny NaJO_3 ,
- masę molową 197,79 g/mol,
- właściwości utleniające.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia jodu sodowego czystego do analizy:

JODAN SODOWY cz.d.a. BN-89/6191-190

3. WYMAGANIA

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

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

z PN-87/C-80001 oraz z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego typu POCh wg PN-84/6833-23, zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego wg PN-87/C-79784, wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo powinny być zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

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

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

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3 znak ostrzegawczy nr 5 wg RID/ADR oraz napis „UTLENIACZ-OXIDIZING AGENT“ na żółtym pasku.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoje stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość jodanu sodowego (NaJO_3), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w H_2O , $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), chloranów (ClO_3^-), (jako Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,05
d) Jodków (J^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,004
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02
f) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
g) Odczyn pH 5% $\%(m/m)$ roztworu, w granicach	5 ÷ 8	5 ÷ 8
h) Żelaza (Fe^3), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
i) Suma zawartości miedzi i ołowiu ($\text{Cu}^{2+} + \text{Pb}^{2+}$), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
j) Potasu (K^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Jodan sodowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie

palety skrzynkowe z drutu typu UJC. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową „pneumopak“

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne“ w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 24 marca 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1989, poz. 18)

lub innym podobnym i ustawić w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe kombinowane stanowią worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06 umieszczone w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351 lub w bębnach zwijanych z tektury wzmocnionych obręczami metalowymi, z dnami i wiekami z tworzywa drzewnego, pojemności 35 i 50 l, wysokości 325 ± 10 mm lub 450 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm. Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań, ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych.

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

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

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

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

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

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

Okres gwarancji wynosi 2 lata licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Jodan sodowy jest materiałem niebezpiecznym, klasa niebezpieczeństwa 5.1 wg RID/ADR. Powinien być przewożony zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾. Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości jodanu sodowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków, chloranów (j.Cl^-) (3.2c),
- oznaczanie zawartości jodków (3.2d),

- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h), miedzi i ołowiu (3.2i),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2j).

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

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, natomiast próbki odczynnika w gatunku cz. zgodnie z PN-67/C-04500.

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

Tablica 2

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

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną o równoważnej czystości, (a do oznaczeń metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej — wodę redestylowaną).

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

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki jodanu sodowego wg PN-81/C-01055 p. 2.1 i 2.1.2, rozpuszczalność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości jodanu sodowego

5.4.3.1. Zasada metody polega na oznaczaniu jodanu sodowego metodą jodometrycznego miareczkowania za pomocą mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy,
- Kwas solny, $\rho(\text{HCl}) = 1,12$ g/ml,
- Skrobia, roztwór 1%(m/m) przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.6.1.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ mol/l, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.2.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,1 g próbki jodanu sodowego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 200 ml, rozpuścić w 100 ml wody, dodać 3 g jodku potasowego, 5 ml kwasu solnego i wymieszać. Kolbę zamknąć korkiem i odstawić w ciemne miejsce na 5 min. Po upływie tego czasu miareczkować wydzielony jod

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi. Miareczkować do odbarwienia się roztworu. Równoległe z oznaczeniem należy wykonać ślepią próbę. W tym celu do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć 100 ml wody, dodać 3 g jodku potasowego i 5 ml kwasu solnego.

Miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego w taki sam sposób jak roztwór z próbką jodanu sodowego.

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

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,003298 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

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

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

m_1 — masa odważki próbki jodanu sodowego, g,

0,003298 — ilość jodanu sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,5%.

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

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka jodanu sodowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zawartość substancji nierozpuszczalnych nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,

dla odczynnika cz. — 6 mg.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chlorków, chloranów (jako Cl)

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

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

b) Kwas siarkowy, roztwór 16%(m/m).

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

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

5.4.5.2. Przygotowanie próbki do oznaczania. 0,5 g próbki jodanu sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu siarkowego, 12 ml siarczanu hydrazyny, 12 ml kwasu azotowego (5.4.5.1a) i wymieszać. Następnie roztwór ogrzewać na elektrycznej płycie grzejnej w temperaturze 200°C do całkowitego wydzielania jodu (sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym). Rozcieńczyć do pierwotnej objętości i ochłodzić. Po ochł-

dzeniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski i wymieszać.

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

Jednocześnie przygotować w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml roztwór porównawczy zawierający:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,10 mg,

dla odczynnika cz. — 0,25 mg

oraz 10 ml roztworu kwasu siarkowego, 12 ml roztworu siarczanu hydrazyny i 12 ml kwasu azotowego (5.4.5.1a), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Pobrać 20,0 ml z uprzednio przygotowanego roztworu i dalej postępować jak z próbką jodanu sodowego. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

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

5.4.6. Oznaczanie zawartości jodków

5.4.6.1. Zasada metody polega na reakcji utleniania jodków jodanem w środowisku kwasu siarkowego.

Wydzielony jod ekstrahuje się do warstwy benzenowej i porównuje intensywność zabarwienia warstwy benzenowej w roztworze badanym i porównawczym.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Benzen.

b) Jodan potasowy.

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

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

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

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

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,10 mg J^- ,

dla odczynnika cz. — 0,20 mg J^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

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

a) Chlorowodorek hydroksylaminy.

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

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g próbki jodanu sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 ml wody, dodać 0,3 g chlorowodoru hydroksylaminy. Gotować do całkowitego wydzielania

jodu (sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym). Ochłodzić i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.3. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

Próbka jodanu sodowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,10 mg SO_4^{2-} ,

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

Próbka jodanu sodowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe po 10 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zabarwieniu w roztworze porównawczym zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,05 mg N dla odczynnika cz.d.a.

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

5.4.10. Oznaczanie zawartości żelaza oraz sumy zawartości miedzi i ołowiu

5.4.10.1. Zasada metody polega na oznaczaniu żelaza, miedzi i ołowiu metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej, bezpośrednio z roztworu próbki jodanu sodowego.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾.

1 ml wzorcowego roztworu podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Cu^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾.

1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Pb^{2+} .

d) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}) do absorpcji atomowej¹⁾.

1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe^{3+} .

e) Roztwór wzorcowy roboczy — mieszanina jonów Cu^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml roztworów (5.4.10.1b), d) i 10,0 ml roztworu 5.4.10.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Cu^{2+} i Fe^{3+} oraz $5 \cdot 10^{-4}$ g jonów Pb^{2+} .

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

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

5.4.10.4. Warunki fotometrowania. Oznaczania należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję miedzi należy mierzyć przy długości fali 324,7 nm, ołowiu 217 lub 283,3 nm, a żelaza — przy 248,3 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

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

5.4.10.6. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0, 1,0, 2,5, 5,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.10.2e), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie miedzi i żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: 0, $1 \cdot 10^{-7}$, $2,5 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ g/ml, natomiast ołowiu 0, $5 \cdot 10^{-7}$, $1,25 \cdot 10^{-6}$, $2,5 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję miedzi, ołowiu i żelaza w przygotowanej skali wzorców, w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.10.7. Wykonanie oznaczania. Pobrać 25,0 ml dla gatunku cz.d.a. lub 5,0 ml dla gatunku cz. roztworu A wg 5.4.10.5, do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B). Następnie zmierzyć absorpcję miedzi i żelaza w roztworze B, natomiast ołowiu w roztworze A, w warunkach podanych w 5.4.10.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenia miedzi, ołowiu i żelaza w roztworze.

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

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

w którym:

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

V_3 — objętość roztworu A wg 5.4.10.5, ml,

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

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

w którym:

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

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

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

5.4.11. Oznaczanie zawartości potasu

5.4.11.1. Zasada metody polega na oznaczaniu potasu za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki, metodą dodatków wzorca.

5.4.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy potasu (K^+) do absorpcji atomowej¹⁾.

1 ml wzorcowego roztworu podstawowego potasu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g K^+ .

b) Roztwór wzorcowy roboczy potasu (K^+), przygotowany przez rozcieńczenie 10 + 90 roztworu 5.4.11.2a).

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

5.4.11.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa potasowa z katodą wnątkową.

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

5.4.11.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 4 g próbki jodanu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski i wymieszać (roztwór C).

5.4.11.6. Wykonanie oznaczania. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0, 1,0, 2, 3,0 ml roztworu wzorcowego roboczego potasu oraz po 25,0 ml roztworu C (5.4.11.5). Zawartość kolb dopełnić do kreski i wymieszać. Stężenie dodatków potasu w otrzymanych roztworach wynoszą: 0, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$ i $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

Zmierzyć absorbancję potasu w przygotowanych roztworach, w warunkach podanych w 5.4.11.4.

5.4.11.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość potasu X_5 , X_6 , X_7 obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzorów

$$X_5 = \frac{A_0 \cdot a_4 \cdot V_5 \cdot 100 \cdot 100}{(A_1 - A_0) \cdot m_3 \cdot 25} \quad (4)$$

$$X_6 = \frac{A \cdot a_5 \cdot V_5 \cdot 100 \cdot 100}{(A_2 - A_0) \cdot m_3 \cdot 25} \quad (5)$$

$$X_7 = \frac{A_0 \cdot a_6 \cdot V_5 \cdot 100 \cdot 100}{(A_3 - A_0) \cdot m_3 \cdot 25} \quad (6)$$

w których:

A_0 — absorbancja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

A_1, A_2, A_3 — absorbancje roztworów z kolejnymi dodatkami wzorca,

a_4, a_5, a_6 — stężenie dodatków wzorca, g/ml,

V_5 — objętość roztworu C wg 5.4.11.5, ml,

m_3 — masa odważki próbki jodanu sodowego, g.

5.4.11.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników X_5 , X_6 i X_7 .

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

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

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii jodanu 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-54/C-80063

a) zrezygnowano z oznaczania zawartości wolnego wodorotlenku sodowego lub kwasu jodowego,

b) wprowadzono oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu,

c) zaostrożono poziom wymagań dla zawartości chlorków i chloranów, siarczanów i azotu ogólnego,

d) zrezygnowano z oznaczania zawartości azotu ogólnego dla gatunku cz.,

e) wprowadzono oznaczanie potasu metodą absorpcji atomowej,

f) zmieniono metody oznaczania żelaza i metali ciężkich.

Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80063 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1990 r.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

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

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

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

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

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

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

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

PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

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

- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki
- PN-87/O-79784 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Metody badań
- BN-84/6414/06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane
- BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki
- BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastyfikowanego polichlorku winylu. Szeregi wymiarowe
- BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCh do odczynników chemicznych
- BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej Komunikacji Kolejowej. Załącznik nr 4 do umowy o międzynarodowej Kolejowej Komunikacji Towarowej (SMGS) (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)
- Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)
- Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.) wraz 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.)

4. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Informacja dotycząca legalnych roztworów wzorcowych do absorpcji atomowej. Legalne roztwory wzorcowe do absorpcji atomowej o stężeniach 1 mg Me/ml są produkowane przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów WZORMAT 00-139 Warszawa, ul. Elektoralna 2.

6. Autorzy projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, inż. Stanisława Jusic, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne“ Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.