

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki	6191-07
	Wodorotlenek sodowy	Zamiast BN-65/6191-07
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wodorotlenek sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Wodorotlenek sodowy ma:

- a) wzór chemiczny NaOH,
- b) masę cząsteczkową 39,997 (1961 r.).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- PN-68/C-04518 Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-68/C-04522 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości kwasu krzemowego w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
- BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
- BN-65/6831-12 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Słoje typu POCh

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki wodorotlenku sodowego:

- ch.cz. — chemicznie czysty (purissimum) — SWW: 1331-435,
 cz.d.a. — czysty do analizy (pro analisi) — SWW: 1331-111,
 cz. — czysty (purum) — SWW: 1331-425.

2.2. Przykład oznaczenia wodorotlenku sodowego czystego do analizy:

WODOROTLENEK SODOWY cz.d.a. BN-71/6191-07

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Wodorotlenek sodowy jako odczynnik powinien mieć postać białych granulików w kształcie półkuli, dobrze rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu etylowym. Wodorotlenek sodowy szybko łączy się w powietrzu z dwutlenkiem węgla.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
a) Wodorotlenku sodowego (NaOH), %, co najmniej	99	98,8	98
b) Węglanu sodowego (Na ₂ CO ₃), %, powyżej	0,5	0,7	1
c) Chlorków (Cl ⁻), %, powyżej	0,005	0,005	0,015
d) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %, powyżej	0,003	0,003	0,005
e) Azotu całkowitego (N), %, powyżej	0,0005	0,0005	0,0007
f) Fosforanów (PO ₄ ³⁻), %, powyżej	0,0003	0,002	0,003
g) Krzemionki (SiO ₂), %, powyżej	0,005	0,007	0,01

1) Symbol wg SWW: ch.cz. 1331-435, cz.d.a. 1331-111, cz. 1331-425.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 12 sierpnia 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1972 r. (Mon. Pol. nr 53/1971, poz. 348)

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
h) Metali ciężkich (Pb ²⁺), %, najwyżej	0,0005	0,001	0,002
i) Żelaza (Fe ³⁺), %, najwyżej	0,0005	0,0009	0,0015
j) Glinu (Al ³⁺), %, najwyżej	0,001	0,0015	0,002
k) Wapnia (Ca ²⁺), %, najwyżej	0,003	0,003	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Wodorotlenek sodowy — odczynnik należy pakować:

a) w słoiki wg BN-65/6831-12 z nakrętką z tworzywa sztucznego po 250, 500, 1000 i 2000 g z tolerancją dla masy $\pm 1\%$; należy stosować podkładkę tekturową ochronioną folią polietylenową lub podkładkę z tworzywa, odporną na działanie wodorotlenku sodowego,

b) w worki z bezbarwnej folii polichlorku winylu lub innego tworzywa odpornego na działanie wodorotlenku sodowego po 50 kg z tolerancją 0,5 kg; każdy worek z wodorotlenkiem sodowym należy umieścić w bębnie lekkim z dnem zdejmowanym wg BN-69/5046-02 pojemności 40 dm³.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania z tym, że powinno ono zabezpieczać produkt w takim samym stopniu jak opakowanie wg a) i b) i powinno mieć wymiary zgodne z PN-64/O-79021.

Wodorotlenek sodowy należy zaliczyć do V klasy niebezpieczeństwa RID.

Pakowanie słoików w opakowania transportowe, napisy na nalepkach, znakowanie opakowań transportowych, przechowywanie i transport powinny być zgodne z PN-70/C-80001.

W przypadku eksportu opakowanie i znakowanie należy uzgodnić z eksporterem.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości wodorotlenku sodowego,

b) oznaczanie zawartości węgla sodowego,

c) oznaczanie zawartości chlorków,

d) oznaczanie zawartości siarczanów,

e) oznaczanie zawartości azotu całkowitego,

f) oznaczanie zawartości fosforanów,

g) oznaczanie zawartości krzemionki,

h) oznaczanie zawartości metali ciężkich,

i) oznaczanie zawartości żelaza,

j) oznaczanie zawartości glinu,

k) oznaczanie zawartości wapnia.

5.2. Wielkość partii. Wielkość partii nie powinna przekraczać:

a) w słoikach:

ch.cz. — 100 kg,

cz.d.a. — 500 kg,

cz. — 1000 kg.

b) w bębnach:

ch.cz. — 600 kg,

cz.d.a. — 1200 kg,

cz. — 4800 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać po napełnieniu słoików i bębnow.

Z partii produktu przedstawionej do badań (w słoikach i bębnach) w zależności od jej liczności należy wybrać do pobierania próbek w sposób losowy (przypadkowy) liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 15	5
16 — 25	7
26 — 63	8
64 — 160	9
powyżej 161	10

Próbki pierwotne z wylosowanych opakowań należy pobierać w pomieszczeniu suchym, czystym, wolnym od kurzu i działania czynników chemicznych.

Przed pobraniem próbki należy odgarnąć wierzchnią warstwę produktu.

Próbki pierwotne należy pobierać łopatką porcelanową lub łopatką z innego tworzywa odpornego na działanie wodorotlenku sodowego.

Z wylosowanych opakowań należy pobrać po 1 próbce o masie co najmniej 200 g każda. Pobrane próbki pierwotne należy zsypać do jednego naczynia odpornego na działanie wodorotlenku sodowego, pojemności co najmniej dwukrotnie większej od objętości sumy próbek pierwotnych. Naczynie zamknąć szczelnie i zawartość dobrze wymieszać przez kilkakrotne energiczne obracanie naczynia. Masa tak otrzymanej próbki ogólnej nie powinna być mniejsza niż 1500 g. Z tak otrzymanej próbki ogólnej produkt należy pobierać szybko łopatką i zsypywać na przemian do dwu uprzednio przygotowanych naczyń w ilości po 750 g, a następnie szybko i szczelnie zamknąć. Jedną z tak otrzymanych próbek jest średnią próbką laboratoryjną, drugą jest próbką rozjemczą. Próbkę rozjemczą należy przechowywać przez 2 lata.

Wszystkie czynności należy wykonywać szybko, aby uniknąć działania CO₂ zawartego w powietrzu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Przygotowanie roztworu badanego wodorotlenku sodowego do badań. Do przygotowania roztworu oraz do wykonywania wszystkich analiz podanych w niniejszej normie należy stosować wodę destylowaną wolną od CO₂, przygotowaną wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.

W zamkniętym naczyniu wagowym odważyć 100,000 g, badanego wodorotlenku sodowego, rozpuścić w wodzie destylowanej wolnej od CO₂, następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, z doszlifowanym korkiem, dopełnić wodą destylowaną wolną od CO₂ do kreski i dobrze wymieszać.

Po przygotowaniu roztworu należy zaraz wykonać oznaczenie zawartości krzemionki.

5.4.2. Oznaczanie zawartości wodorotlenku sodowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- Woda destylowana wolna od CO₂.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ odmierzyć pipetą Mohra 10 cm³ (2 g) roztworu przygotowanego wg 5.4.1, dodać 100 cm³ wody destylowanej wolnej od CO₂, 5 kropli oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego do uzyskania różowego zabarwienia.

Całkowitą alkaliczność w przeliczeniu na wodorotlenek sodowy (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,039997 \cdot 100 \cdot 500}{m \cdot 10} = \frac{V \cdot 199,985}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 1n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego wodorotlenku sodowego użytego do przygotowania roztworu wg 5.3.1, g,

0,039997 — ilość wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1n roztworu kwasu solnego, g.

Zawartość wodorotlenku sodowego (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = X_1 - X_3 \cdot \frac{39,997}{52,997} \quad (2)$$

w którym:

X₁ — całkowita alkaliczność wg wzoru (1), ‰,

X₃ — zawartość węglanu sodowego oznaczona wg wzoru (3), ‰,

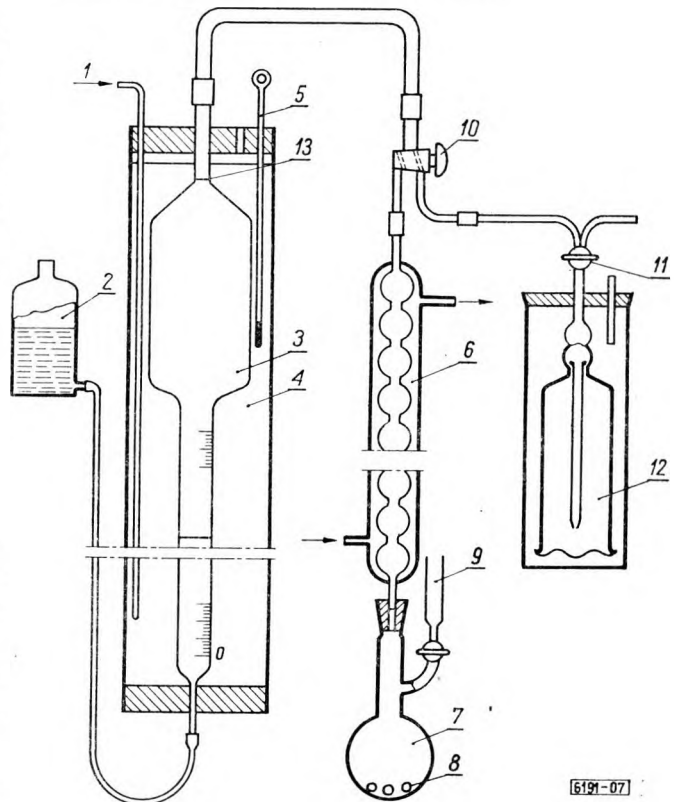
39,997 — masa cząsteczkowa wodorotlenku sodowego, g,

52,997 — połowa masy cząsteczkowej węglanu sodowego, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 wartości bezwzględnej.

5.4.3. Oznaczanie zawartości węglanu sodowego

5.4.3.1. Aparatura — wg rysunku.



1 — rurka szklana doprowadzająca sprężone powietrze do termostatu, 2 — butelka wyrównawcza napełniona barwnym roztworem chlorku sodowego, 3 — biureta o pojemności dolnej części 100 cm³ z działką elementarną 0,2 cm³, pojemności górnej części około 150 cm³, ograniczona od góry kreską 13, 4 — termostat napełniony wodą, 5 — termometr o zakresie temperatur 10 ÷ 30°C z działką elementarną 0,5°C, 6 — chłodnica 4-kulkowa (dopuszcza się do stosowania chłodnicę Liebiga), 7 — kolba okrągłodenna o pojemności 150 cm³, 8 — 3 kulki szklane o średnicy 2 mm, 9 — rozdzielacz (wkrapłacz) o pojemności 50 cm³, 10 — kurek dwudrożny, 11 — kurek trójdrożny z przelotem w kształcie litery L, 12 — absorber zawierający roztwór wodorotlenku sodowego

Do połączeń wymienionych części należy stosować wąż gumowy.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy cz., roztwór: w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ rozpuścić w wodzie 263 g chlorku sodowego, dodać 6 cm³ kwasu siarkowego (1,83), ochłodzić i dodać 5 kropli 0,05-procentowego roztworu oranżu metylowego, a następnie dopełnić wodą do kreski.

b) Kwas solny (1,18) cz.

c) Woda destylowana wolna od CO₂.

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór: 120 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w wodzie, rozcieńczyć do objętości 500 cm³ i wymieszać.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Czystą aparaturę należy zestawić wg rysunku. Butelkę wyrównawczą 2 napełnić roztworem chlorku sodowego. Absorber 12 napełnić do $\frac{3}{4}$ wysokości roztworem wodorotlenku sodowego. Zawartość absorbera należy zmieniać co 100 oznaczeń. Podłączyć przepływ zimnej wody do chłodnicy 6. W celu utrzymania stałej temperatury w termostacie 4 należy mieszać wodę przy pomocy sprężonego powietrza 1. W absorberze 12 poziom roztworu wodorotlenku sodowego podnieść do kurka 11 i zamknąć kurek 11 i 10. Następnie ustalić poziom roztworu chlorku sodowego w biurecie 3 do kreski 13. W naczynku wagowym odważyć 10,00 g badanego wodorotlenku sodowego. Odważoną próbkę należy przenieść do kolby 7 i rozpuścić w 40 cm³ wody wolnej od CO₂ wrzucić 3 kulki szklane 8. Kolbę wraz z zawartością podłączyć do zestawu. Przy pomocy kurka 10 połączyć kolbę 7 z biuretą 3 i obniżyć butelkę wyrównawczą 2. Z rozdzielacza 9 wprowadzić do kolby 7 35 cm³ kwasu solnego, unikając strat gazu. Zawartość kolby 7 ogrzać i utrzymywać w stanie wrzenia przez 5 min, równocześnie przez chłodnicę powinna przepływać zimna woda. Następnie przerwać ogrzewanie i przez rozdzielacz 9 wprowadzić do kolby 7 roztwór chlorku sodowego do momentu aż poziom roztworu w kolbie 7 poprzez chłodnicę podniesie się do kurka 10. Przy tej czynności należy równocześnie odpowiednio obniżać butelkę wyrównawczą 2. Zamknąć kurek 10 i odczekać 5 min, aby temperatura gazu wyrównała się z temperaturą termostatu. Butelkę wyrównawczą 2 ustawić tak, aby poziom roztworu barwnego w butelce wyrównawczej był na tym samym poziomie co roztwór barwny w biurecie 3. Wówczas odczytać objętość gazu V przy ciśnieniu atmosferycznym p i temperaturze wody w termostacie t . Przy pomocy kurków 10 i 11 połączyć biuretę 3 z absorberem 12, a butelkę wyrównawczą podnieść tak, aby gaz z biurety przetoczył do absorbera 12, w którym zachodzi absorpcja CO₂. Następnie butelkę wyrównawczą obniżyć w celu przeniesienia niezaabsorbowanego gazu do biurety 3. Czynność tą powtórzyć 5 razy. Jeżeli objętość gazu nie ulega zmianie, poziom roztworu wodorotlenku sodowego w absorberze 12 należy ustalić na poziomie kurka 11 i zamknąć go. Odczytać w biurecie 3 objętość gazu niezaabsorbowanego V_1 .

Zawartość węglanu sodowego (X_3) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = (V - V_1) \cdot \frac{273}{273 + t} \cdot \frac{p_a - p}{760} \cdot 0,0019768 \cdot \frac{106,005}{44,011} \cdot \frac{100}{m} = 0,171 \cdot \frac{p_a - p}{273 + t} \cdot \frac{(V - V_1)}{m} \quad (3)$$

w którym:

- V — objętość gazu przed absorpcją dwutlenku węgla, cm³,
- V_1 — objętość gazu po absorpcji dwutlenku węgla, cm³,
- t — temperatura wody w termostacie, °C,
- p_a — ciśnienie atmosferyczne w czasie pomiaru, mm Hg,
- p — prężność pary roztworu chlorku sodowego w zależności od temperatury wody w termostacie, odczytać z tabl. 3, mm Hg,

Tablica 3

Temperatura t , °C	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30
Prężność pary roztworu NaCl p , mm Hg	8	9	10	11	12	14	16	18	20	22	24

0,0019768 — współczynnik przeliczeniowy objętości dwutlenku węgla w cm³ na zawartość dwutlenku węgla w g,

$\frac{106,005}{44,011} = 2,4086$ — współczynnik przeliczeniowy masy dwutlenku węgla na masę węglanu sodowego,

m — odważka badanego wodorotlenku sodowego, g.

5.4.3.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,1 wartości bezwzględnej.

5.4.4. Oznaczanie zawartości chlorków. Do oznaczania pobrać 5 cm³ (1 g) roztworu wodorotlenku sodowego przygotowanego wg 5.4.1. Dalej oznaczanie wykonać zgodnie z PN-68/C-04518 sposobem A. Stosować roztwór wzorcowy, który zawiera 0,01 mg Cl⁻ w 1 cm³.

Do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. — 0,05 mg Cl⁻,
dla odczynnika cz. — 0,15 mg Cl⁻.

5.4.5. Oznaczanie zawartości siarczanów. Do zlewki pojemności 50 cm³ pobrać 20 cm³ (4 g) roztworu wodorotlenku sodowego przygotowanego wg 5.4.1, zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka uniwersalnego. Przebrać do cylindra kolorymetrycznego, zlewkę spłukać 10 cm³ wody i dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. — 0,12 mg SO₄²⁻,
dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO₄²⁻.

5.4.6. Oznaczanie zawartości całkowitego azotu wykonać wg PN-68/C-04527 p. 2.4. W punkcie 2.4.3 nie należy zobojętniać wodorotlenkiem sodowym i nie należy dodawać 5 cm³ nadmiaru wodorotlenku sodowego.

Do oznaczania pobrać 20 cm³ (4 g) roztworu przygotowanego wg 5.4.1. Stosować roztwór wzorcowy, który zawiera w 1 cm³ 0,01 mg N.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika ch. cz. i cz.d.a. — 0,01 mg N,
dla odczynnika cz. — 0,014 mg N.

Roztwór porównawczy rozcieńczyć wodą do 50 cm³ i dalej postępować jak z próbką badaną. Roztworu porównawczego nie należy destylować.

5.4.7. Oznaczanie zawartości fosforanów. Pobrać 5 cm³ (1 g) badanego roztworu wodorotlenku sodowego przygotowanego wg 5.4.1, wlać do zlewki pojemności 50 cm³, dodać 10 cm³ wody destylowanej, następnie zobojętnić kwasem solnym 25-procentowym wobec papierka uniwersalnego. Dalej postępować wg PN-68/C-04503 p. 2.2.4. Można oznaczać fosforany również metodą fotometryczną wg 2.2.5.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika ch. cz. — 0,003 mg PO₄³⁻,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg PO₄³⁻,
dla odczynnika cz. — 0,03 mg PO₄³⁻.

5.4.8. Oznaczanie zawartości krzemionki. Do zlewki pojemności 50 cm³ pobrać 2,5 cm³ (0,5 g) świeżo przygotowanego roztworu wg 5.4.1, dodać 7,5 cm³ wody destylowanej i zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka uniwersalnego. Dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04522 p. 2.5.1.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika ch. cz. — 0,025 mg SiO₂,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,035 mg SiO₂,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg SiO₂.

Dopuszcza się również metodę fotometryczną wg p. 2.5.2.

5.4.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich wykonać wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1. Do oznaczania pobrać 25 cm³ (5 g) roztworu przygotowanego wg 5.4.1.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika ch. cz. — 0,025 mg Pb²⁺,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Pb²⁺,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb²⁺.

5.4.10. Oznaczanie zawartości żelaza. Pobrać 10 cm³ (2 g) badanego roztworu wodorotlenku sodowego przygotowanego wg 5.4.1, zakwasić 25-procentowym roztworem kwasu solnego do pH 2 wobec papierka uniwersalnego. Następnie postępować wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4. Dopuszcza się wizualne porównanie zabarwienia. W takim przypadku zamiast kolb pomiarowych należy stosować cylindry Nesslera.

Do roztworów porównawczych dodać

dla odczynnika ch. cz. — 0,01 mg Fe²⁺,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,018 mg Fe²⁺,
dla odczynnika cz. — 0,03 mg Fe²⁺.

5.4.11. Oznaczanie zawartości glinu

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Aluminon, roztwór 0,1-procentowy.

b) Czerwień Kongo, roztwór: 0,1 g czerwieni Kongo rozpuścić w 10 cm³ alkoholu 96-procentowego i uzupełnić wodą do objętości 100 cm³.

c) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

d) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

e) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Roztwór wzorcowy glinu: odważyć 1,000 g metalicznego glinu i rozpuścić w 16,5 cm³ 25-procentowym roztworze kwasu solnego i dopełnić wodą do objętości 1000 cm³. 1 cm³ tego roztworu zawiera 1 mg Al. Z tego roztworu przygotować przez rozcieńczenie roztwór, który będzie zawierał 0,01 mg Al w 1 cm³.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Pobrać 3 razy po 5 cm³ (1 g) przygotowanego roztworu wodorotlenku sodowego wg 5.4.1. Dwie próbki umieścić w cylindrach kolorymetrycznych pojemności 50 cm³, trzecią przenieść do zlewki pojemności 50 cm³. Próbkę w zlewce miareczkować kwasem solnym wobec czerwieni Kongo do zabarwienia niebiesko-fioletowego. Następnie do cylindrów kolorymetrycznych dodać, określoną w wyniku miareczkowania trzeciej próbki, ilość kwasu solnego. Po ochłodzeniu dodać 10 cm³ roztworu octanu amonowego, 2 cm³ roztworu kwasu octowego i 1 cm³ roztworu aluminonu. Po każdorazowym dodaniu odczynnika roztwór wymieszać. Roztwór dopełnić wodą do objętości 50 cm³ i znowu wymieszać. Zaobserwowane po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie powinno być silniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Al,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Al,
dla odczynnika cz. — 0,02 mg Al.

5.4.12. Oznaczanie zawartości wapnia

5.4.12.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) cz.d.a.

b) Roztwór wzorcowy wapnia, 10 cm³ roztworu przygotowanego wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.53 rozcieńczyć do 100 cm³, 1 cm³ otrzymanego roztworu zawiera 0,1 mg Ca²⁺.

c) Szczawian amonowy cz.d.a., roztwór: 1 g szczawianu amonowego rozpuścić w 14 cm³ wody.

d) Woda amoniakalna (0,96) cz.d.a.

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. Do porownicy porcelanowej odmierzyć 25 cm³ (5 g) roztworu przygotowanego wg 5.4.1, dodać 8 cm³ kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Wytuszoną pozostałość przenieść ilościowo do zlewki

pojemności 100 cm³, popłukać małymi partiami wody tak, aby objętość roztworu wynosiła 27,5 cm³.

Do roztworu dodać 2,5 cm³ wody amoniakalnej i podgrzać do wrzenia. Jeżeli roztwór będzie mętny, należy go przesączyć. Do gorącego roztworu dodać 2,5 cm³ roztworu szczawianu amonowego, zagotować i odstawić na 1 godz. Równocześnie należy przygotować wzorce. Do dwóch zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć: 1,5 i 2,5 cm³ roztworu wzorcowego wapnia, rozcieńczyć do objętości

27,5 cm³, dodać 2,5 cm³ wody amoniakalnej, 2,5 cm³ roztworu szczawianu amonowego i dalej postępować jak z badaną próbką. Do oznaczania należy używać wysokich zlewek o jednakowej średnicy. Porównać zmętnienie badanej próbki ze zmętnieniem wzorców. Badany odczynnik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanej próbki będzie mniejsze lub równe zmętnieniu wzorca zawierającego dla:

odczynnika ch.cz. i cz.d.a.	— 0,15 mg Ca ²⁺ ,
odczynnika cz.	— 0,25 mg Ca ²⁺ .

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6191-07

1. Zalecenia międzynarodowe

RWPG RS 1728-69 Реагенты. Гидроокись натрия —
norma zgodna

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-07

— wprowadzono gatunek chemicznie czysty,

— określono wielkość partii w zależności od rodzaju opakowania i gatunku,

— uściślono sposób pobierania próbek,

— wprowadzono nową metodę oznaczania zawartości węgla sodowego i glinu,

— wykreślono oznaczanie zawartości arsenu i cynku.

**Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego
„Petrochemia”**

3 **BN-71/6191-07 Odczynniki. Wodorotlenek sodowy**
XV 51

zmiana 1
29.8.77 r.

1. W punkcie 1.2. **Normy związane:**

— zamiast PN-68/C-04521 powinno być: PN-75/C-04521.03. Analiza chemiczna, Oznaczenie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tio-cyjanianu amonowego.

— zamiast: BN-63/5046-02 powinno być: BN-76/5046-02

— dopisuje się: PN-70/N-02120. Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb.

2. W punkcie 4 b) wiersz czwarty po średniku. Tekst zmienia się następująco: ... każdy worek z wodorotlenkiem sodowym należy umieścić w bębnie lekkim (3) wg BN-76/5046-02, z dnem zdejmowanym (3), lakierowanym zewnątrz, nielakierowa-nym wewnątrz (3) pojemności nominalnej 40 dm³, usztywnionym, bez uchwytów (1), jednorazowego użycia (A).

3. W punkcie 5.4.10 zamiast pierwszego i drugiego zdania wpisuje się:

Do oznaczania pobrać 25 cm³ (5 g) roztworu przygotowanego wg 5.4.1 i dalej postępować wg PN-75/C-04521 arkusz 03.

Zawartość żelaza (X_4) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{(a - b) \cdot 100}{5 \cdot 1000} = \frac{a - b}{50} \quad (4)$$

w którym:

a — zawartość żelaza w badanej próbce odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

b — zawartość żelaza w próbce kontrolnej odczytana z krzywej wzorcowej, mg.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równo-ległych oznaczeń nie różniących się więcej niż o 10% wyniku niższego.

4. Dopisuje się p. 5.5 o następującej treści:

5.5. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników stosować zasady interpre-tacji wg PN-70/N-02120 metoda Z.

(Biuletyn PKNiM nr 11—12/77 poz. 107)