

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Odczynniki	6191-01
	Siarczan kobaltawy uwodniony	Zamiast BN-63/6191-01
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan kobaltawy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan kobaltawy uwodniony ma:

- a) wzór chemiczny — $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową — 281,12 g/mol.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się trzy gatunki siarczanu kobaltawego uwodnionego, oznaczone:

- cz.d.a. bez Ni — czysty do analizy wolny od niklu,
- cz.d.a. — czysty do analizy,
- cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu kobaltawego uwodnionego czystego do analizy wolnego od niklu:

SIARCZAN KOBALTAWY uwodniony cz.d.a.

bez Ni BN-85/6191-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan kobaltawy uwodniony powinien mieć postać brązowoczerwonych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a	cz.
a) Tożsamość	wg 5.3.2.	
b) Siarczanu kobaltawego uwodnionego ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), %(m/m)	99,5÷102	98,5÷102
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
d) Chlorków (Cl^-), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,01
e) Azotu ogólnego, %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,005
f) Miedzi (Cu^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
g) Ołowiu (Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
h) Żelaza (Fe^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,005
i) Niklu (Ni^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,03	0,1
j) Cynku (Zn^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
k) Sodu (Na^+), %(m/m), nie więcej niż	0,01	0,05
l) Potasu (K^+), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
m) Wapnia (Ca^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
Dla gatunku cz.d.a. bez Ni dopuszcza się zawartość niklu 0,002%.		

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego — Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 1 października 1985 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1985 poz. 31)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Odczynnik należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe — słoje ze szkła oranżowego typu POCH wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, wyłożone podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną wg BN-73/6419-02. Nakrętki dodatkowo zabezpieczone taśmą samoprzylepną.

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

4.2.2. Opakowania transportowe — worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, umieszczone w bębnach tekturowych¹⁾ lub w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351. Beczki drewniane muszą być odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy 2, odmiany 3.

Masa opakowania netto — 50 kg.

Opakowania transportowe dla słoików stanowią skrzynki drewniane zamknięte, wykonane wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC, odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy 2, odmiany 1.

Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w jednej warstwie.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego i transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczający jakość produktu w sposób nie gorszy niż ww. opakowania oraz mający wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać wg PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

Siarczan kobaltawy uwodniony jest odczynnikiem bezpiecznym.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać wg PN-85/O-79252, podając co najmniej:

- nazwę lub znak dostawcy,
- nazwę producenta,
- oznaczenie wg 2.2,
- nr partii,
- liczbę opakowań jednostkowych w opakowaniu transportowym,
- masę brutto opakowania transportowego,
- znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,
- dopuszczalną liczbę warstw składowania dla beczek drewnianych i dla skrzyń — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych — 1,
- dopuszczalną liczbę warstw ładowania: dla skrzyń — 4, dla beczek — 3, dla palet skrzynkowych z drutu — 2, dla bębnow tekturowych — 1.

¹⁾ Według ZN-79/ZZG-III-177 Bębny transportowe zwijane z papieru. Ogólne wymagania i badania.

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

4.4. Przechowywanie. Siarczan kobaltawy uwodniony należy przechowywać w ogrzewanych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych.

Dopuszcza się następującą maksymalną liczbę warstw składowania: dla beczek drewnianych i skrzynek — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych — 1.

Okres gwarancji siarczanu kobaltawego uwodnionego wynosi 2 lata od daty produkcji.

4.5. Transport. Siarczan kobaltawy uwodniony należy przewozić dowolnym krytym środkiem transportu. Dopuszczalna liczba warstw ładowania: dla skrzynek drewnianych — 4, dla beczek drewnianych — 3, dla palet skrzynkowych z drutu — 2, dla bębnow tekturowych — 1.

Ładowanie i wyładowywanie powinno się odbywać zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie tożsamości (3.2a),
- oznaczanie zawartości siarczanu kobaltawego uwodnionego (3.2b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2f),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2i),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2j),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2k),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2l),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2m).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 100 g,
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2

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

- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3. Opis badań

5.3.1. Czystość odczynników. Przy wykonywaniu analiz należy stosować odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę redestylowaną.

5.3.2. Sprawdzenie tożsamości

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Azotyn potasowy.
- Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).
- Kwas octowy stężony, $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,05 \text{ g/ml}$.
- Kwas solny, roztwór 25%(m/m).

5.3.2.2. Wykonanie badania. Około 1 g badanego siarczanu kobaltowego uwodnionego rozpuścić w 20 ml wody, po czym sprawdzić tożsamość następująco:

a) do 5 ml otrzymanego roztworu dodać 0,5 g azotynu potasowego, 0,5 ml kwasu octowego i wymieszać, roztwór mętnieje i wydziela się żółty osad sześćoazotynokobaltanu potasowego,

b) do pozostałego roztworu dodać 2 ml kwasu solnego oraz 2 ml roztworu chlorku barowego; wytrąca się biały osad siarczanu barowego, osad ten jest nierozpuszczalny w kwasach.

5.3.3. Oznaczanie zawartości siarczanu kobaltowego uwodnionego ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak, $\rho(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,96 \text{ g/ml}$, roztwór 10%(m/m),
- Mureksyd + zieleń naftolowa B, mieszanina wskaźnikowa (1+2), przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.6.
- Octan amonowy, roztwór nasycony.
- Wersenian dwusodowy, roztwór o stężeniu $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5b).

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 2,5000 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić objętość roztworu do kreski i dokładnie wymieszać. 25 ml roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, rozcieńczyć wodą do około 200 ml, dodać 5 ml roztworu octanu amonowego, nieco mieszaniny wskaźnika (na końcu łopatką) i wprowadzać kroplami roztwór amoniaku do uzyskania żółtej barwy roztworu, a następnie jeszcze 2 ml amoniaku. Miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia barwy roztworu z żółtopomarańczowej na różowofioletową.

Zawartość siarczanu kobaltowego obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,014056 \cdot 250 \cdot 100}{m_1 \cdot 25} = \frac{14,056 \cdot V_1}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ zużyta do miareczkowania, ml,

0,014056 — masa siarczanu kobaltowego uwodnionego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, g,

m_1 — masa odważki badanego siarczanu kobaltowego, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w zlewce w 600 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan kobaltowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,
- dla odczynnika cz. — 6 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1. oraz: roztwór siarczanu kobaltowego nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 10 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w 150 ml wody, dodać 10 ml kwasu azotowego, 10 ml azotanu srebra, uzupełnić do 200 ml i odstawić. Po upływie 18 ÷ 20 h roztwór przesączyć. Do sporządzenia roztworu porównawczego pobrać 20 ml przesączu.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 sposób A.

Badany siarczan kobaltowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 20 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie powstałe w roztworze porównawczym zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,10 mg Cl^-

i 20 ml roztworu siarczanu kobaltowego nie zawierającego chlorków.

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

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

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w kolbie aparatu destylacyjnego, w 150 ml wody. Dalej oznaczenie wykonać wg PN-81/C-04527 p. 2.4.4.

Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg N,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg N.

5.3.7. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy spektralnie cz., $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony 2,5 + 997,5. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego powinien zawierać $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ g Cu}^{2+}$.

5.3.7.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach dla stosowanego aparatu. Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,7 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorpcji miedzi dla spektrofotometru absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS-1N, są następujące:

- szerokość szczeliny 0,10 mm,
- natężenie prądu lampy 5 mA,
- wysokość strefy pomiarowej 10 mm,
- przepływ powietrza 500 l/h,
- przepływ acetylenu 100 l/h.

5.3.7.4. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 50 ml, dodać 2,5 ml kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Do czterech kolb pomiarowych pojemności 25 ml dodać po 5 ml roztworu A oraz kolejno 0, 2,5, 5, 7,5 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego miedzi, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie dodatków miedzi w poszczególnych kolbach powinno wynosić: 0, $0,25 \cdot 10^{-6}$, $0,5 \cdot 10^{-6}$, $0,75 \cdot 10^{-6}$ g/ml. W przygotowanych roztworach zmierzyć absorpcję miedzi oraz obliczyć zawartość miedzi w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = \frac{X'_2 + X''_2 + X'''_2}{3} \quad (2)$$

w którym:

$$X'_2 = \frac{A_0 \cdot c_1 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_1 - A_0) \cdot m_2}$$

$$X''_2 = \frac{A_0 \cdot c_2 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_2 - A_0) \cdot m_2}$$

$$X'''_2 = \frac{A_0 \cdot c_3 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_3 - A_0) \cdot m_2}$$

gdzie:

A_0 — absorpcja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

A_1, A_2, A_3 — absorpcja roztworów próbki z dodatkami wzorców,

c_1, c_2, c_3 — stężenie dodatków, g/ml,

m_2 — masa odważki badanego siarczanu kobaltowego, g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb^{2+})

5.3.8.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnątkową.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie cz., $\rho(HNO_3) = 1,4$ g/ml.

b) Siarczan kobaltawy uwodniony spektralnie cz. — roztwór przygotowany w następujący sposób: 0,8 g spektralnie cz. siarczanu kobaltowego uwodnionego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 10 ml, dodać 0,1 ml kwasu azotowego spektralnie cz., uzupełnić wodą do kreski.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego powinien zawierać $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.3.8.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w warunkach optymalnych ustalonych dla danego aparatu. Ołów należy oznaczać przy długości fali 217 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorpcji miedzi dla spektrofotometru absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS-1N są następujące:

- szerokość szczeliny 0,10 mm,
- natężenie prądu lampy 8 mA,
- wysokość strefy pomiarowej 10 mm,
- przepływ powietrza 500 l/h,
- przepływ acetylenu 100 l/h.

5.3.8.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorpcję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.8.5. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego siarczanu kobaltowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 ml, dodać 0,5 ml kwasu azotowego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorpcję przygotowanego roztworu siarczanu kobaltowego spektralnie cz., w warunkach podanych w 5.3.8.3. Od absorpcji próbki odjąć absorpcję tła soli spektralnie cz.

Zawartość ołowiu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

a_1 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej po uwzględnieniu absorpcji tła soli spektralnej, g/ml,

V_2 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml,

m_2 — masa odważki badanego siarczanu kobaltowego, g.

5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Chloroform.

b) Kupferron, roztwór wodny 2%(m/m).

c) Kwas solny, roztwór o $c(HCl) = 1$ mol/l.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony 10 + 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu kobaltowego rozpuścić w 10 ml wody w cylindrze pomiarowym pojemności 50 ml, z doszlifowanym korkiem, dodać 1 ml kwasu solnego i 2 ml roztworu kupferronu, dodać 5 ml chloroformu i dobrze wytrząsnąć. Badany siarczan kobaltawy odpowiada wymaga-

niom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie warstwy chloroformowej badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy chloroformowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości niklu (Ni^{2+})

5.3.10.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa nikłowa z katodą wnątkową.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ni^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.44, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Ni}^{2+}$.

5.3.10.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Nikiel należy oznaczać przy długości fali 232 nm. Przyrząd należy przygotować do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji niklu dla spektrofotometru absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS-1N są następujące:

szerokość szczeliny 0,04 mm,

natężenie prądu lampy 5 mA,

wysokość strefy pomiarowej 10 mm,

przepływ powietrza 500 l/h,

przepływ acetylenu 100 l/h.

5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1, 2, 3, 4, 5 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego niklu, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie niklu w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.10.5. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczynu kobaltowego dla gatunku cz.d.a. i cz. lub 5 g dla gatunku cz.d.a. bez Ni umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję przygotowanego roztworu w warunkach podanych w 5.3.10.3.

Zawartość niklu obliczyć w procentach (X_4) wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_2 \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

a_2 — stężenie niklu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_3 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml,

m_3 — masa odważki badanego siarczynu kobaltowego, g.

5.3.11. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.11.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory.

a) Kwas azotowy, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$ oraz roztwór o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego [$\rho(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$], przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać. 1 ml roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Zn}^{2+}$. Roztwór rozcieńczyć 1 + 99 roztworem kwasu azotowego o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5} \text{ g Zn}^{2+}$.

5.3.11.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Cynk należy oznaczać przy długości fali 213,9 nm. Przyrząd należy przygotować do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji cynku dla spektrofotometru absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS-1N są następujące:

szerokość szczeliny 0,2 mm,

natężenie prądu lampy 5 mA,

wysokość strefy pomiarowej 10 mm,

przepływ powietrza 500 l/h,

przepływ acetylenu 100 l/h.

5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić kolejno: 2, 4, 6, 8, 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$ do kreski i wymieszać. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.11.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczynu kobaltowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję otrzymanego roztworu w warunkach podanych w 5.3.11.3.

Zawartość cynku obliczyć w procentach (X_5) wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_3 \cdot V_4 \cdot 100}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

a_3 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_4 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml,

m_4 — masa odważki badanego siarczynu kobaltowego, g.

5.3.12. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia

5.3.12.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa sodowa z katodą wnątkową.

c) Lampa potasowa z katodą wnątkową.

d) Lampa wapniowa z katodą wnątkową.

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o $\rho(\text{HNO}_3) = 1,48 \text{ g/ml}$.

b) Tlenek lantanowy, roztwór 1,5%(m/m), przygotowany w następujący sposób: 4,5 g tlenku lantanowego zwilżyć wodą, dodać 2,5 ml kwasu solnego [$\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$], dodać 250 ml wody i ogrzać do rozpuszczenia. Roztwór ochłodzić i uzupełnić wodą do 300 ml.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Na^+ , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d), rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Na}^+$.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e), rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g K}^+$.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4b), rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Ca}^{2+}$.

5.3.12.3. Warunki fotometrycznego oznaczania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Sód należy oznaczać przy długości fali 589,0 nm, potas przy długości fali 766,5 nm, wapń przy długości fali 422,7 nm. Przyrząd należy przygotować do pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji sodu, potasu i wapnia dla spektrofotometru absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS-1N, są następujące:

	Na	K	Ca
szerokość szczeliny	0,1 mm	0,6 mm	0,1 mm
natężenie prądu lampy	4 mA	8 mA	4 mA

wysokość strefy po-

miarowej	10 mm	10 mm	10 mm
przepływ powietrza	500 l/h	500 l/h	500 l/h
przyływ acetyleny	100 l/h	100 l/h	100 l/h
filtr nr	1	2	1

5.3.12.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1, 2, 3, 4, 5 ml rozcieńczonego roztworu sodu, oraz po: 0,4, 0,6, 0,8, 1,0, 1,2 ml rozcieńczonych roztworów potasu i wapnia, dodać po 1 ml kwasu azotowego, 10 ml roztworu tlenku lantanowego, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Stężenie sodu, potasu i wapnia w przygotowanych roztworach powinno wynosić odpowiednio: $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$, g/ml oraz: $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $1,2 \cdot 10^{-6}$ g/ml K^+ i Ca^{2+} .

W przygotowanych roztworach zmierzyć absorbancję sodu, potasu i wapnia. Z otrzymanych wyników pomiarów wykreślić krzywe wzorcowe.

5.3.12.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu kobaltowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego, 10 ml roztworu tlenku lantanowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję sodu, potasu i wapnia w warunkach podanych w 5.3.12.3.

Zawartość sodu (X_6), potasu (X_7) i wapnia (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{6,7,8} = \frac{a_{4,5,6} \cdot V_5 \cdot 100}{m_5} \quad (6)$$

w którym:

$a_{4,5,6}$ — stężenie sodu, potasu i wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_5 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml,

m_5 — masa odważki badanego siarczanu kobaltowego, g.

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 BN-69/6191-01

a) uproszczono sposób oznaczania chlorków,

b) wprowadzono oznaczanie miedzi i ołowiu metodą absorpcji atomowej, zamiast oznaczania metali ciężkich,

c) zaostorzono wymagania dotyczące dopuszczalnej zawartości żelaza i niklu dla gatunku cz.d.a. i cz. oraz cynku w gatunku cz.,

d) zmieniono metodę oznaczania żelaza,

e) wprowadzono oznaczanie sodu, potasu i wapnia metodą absorpcji atomowej.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania 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-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania kationu głównego składnika

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

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

PN-70/C-80001 Odczynniki. 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 skrzydeł drewniane 800 × 1200 — EUR
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania
- 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-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Stoje 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. 272/84)
- Regulamin ładowania i zabezpieczania kolejowych przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 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 z 1968 r. nr 35 poz. 250)

4. Symbole wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz.— 1331-42.

5. Autor projektu normy

— mgr inż. Jadwiga Płoucha, mgr Anna Żyśko — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.