

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-89
	Odczynniki Azotan wapniowy	6191-05
		Zamiast BN-63/6191-05
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan wapniowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan wapniowy ma:

- a) wzór chemiczny - $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
b) masę molową - 236,16 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń w normie ustala się dwa gatunki azotanu wapniowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu wapniowego czystego do analizy:

AZOTAN WAPNIOWY cz.d.a. BN-89/6191-05

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan wapniowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie, dobrze rozpuszczalnych w alkoholu, rozpylających się na powietrzu.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu wapniowego $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, % <i>(m/m)</i> , nie mniej niż	99,0	98,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,002	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,005	0,02
e) Fosforanów (PO_4^{3-}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,001	0,002
f) pH 5% <i>(m/m)</i> roztworu wodnego	5 ÷ 6,5	5 ÷ 6,5
g) Baru (Ba^{2+}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,005	0,01
h) Magnezu (Mg^{2+}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,2	0,4

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
i) Miedzi (Cu^{2+}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,0004	0,0005
j) Ołowiu (Pb^{2+}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,0003	0,0005
k) Strontu (Sr^{2+}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się
l) Sodiu (Na^+), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,005	0,01
ł) Potasu (K^+), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,005	0,01
m) Żelaza (Fe^{3+}), % <i>(m/m)</i> , nie więcej niż	0,0002	0,0005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Azotan wapniowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje wg BN-84/6833-23 zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

Masa netto: 250, 500 i 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

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

- a) klasę niebezpieczeństwa 5.1 wg RID/ADR i napis "Utleniacz",
b) znak niebezpieczeństwa dla materiałów zapalnych wg PN-76/O-79251 p. 2.3.7.

4.2.3. Opakowanie transportowe stanowią skrzynie z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2 klasy A i odmiany a.

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

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

- a) nalepkę ostrzegawczą wg wzoru nr 5 RID/ADR "Materiały utleniające podtrzymujące palenie",
- b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.4 i 2.4.10.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800x1200 mm wg PN-88/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Azotan wapniowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w pomieszczeniach suchych i przewiewnych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania dla skrzynek drewnianych - 4 warstwy.

Okres gwarancji - 2 lata.

4.5. Transport. Azotan wapniowy jest materiałem niebezpiecznym klasy 5.1 wg przepisów RID/ADR.

Opakowany i oznakowany wg 4.2 należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych - 3 warstwy.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości azotanu wapniowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2e),
- g) oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości baru (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości magnezu (3.2h),
- k) oznaczanie zawartości miedzi (3.2i),
- l) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2j),
- ł) oznaczanie zawartości strontu (3.2k),
- m) oznaczanie zawartości sodu (3.2l),
- n) oznaczanie zawartości potasu (3.2ł),
- o) oznaczanie zawartości żelaza (3.2m).

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

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

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

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki azotanu wapniowego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2, rozpuszczalność w wodzie określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.3.3. Oznaczanie zawartości azotanu wapniowego
[Ca(NO₃)₂ · 4H₂O]

5.3.3.1. Zasada metody polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu jonów wapnia Ca²⁺ wersenianem dwusodowym wobec wskaźnika mureksydu.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Mureksyd - wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.6.
- b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20%(m/m).
- c) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o stężeniu c(EDTA) = 0,05 mol/l, przygotowany wg PN-82/C-04950.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,5 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 250 ÷ 300 ml. Do roztworu dodać 2 ml wodorotlenku sodowego oraz 0,1 g mureksydu i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do fioletoworóżowego zabarwienia.

5.3.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość azotanu wapniowego (X) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,011808 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,1808}{m} \quad (1)$$

w którym:

- V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego o c(EDTA) = 0,05 mol, ml,
- m - odważka badanego azotanu wapniowego, g,
- 0,011808 - ilość azotanu wapniowego odpowiadająca 1 ml wersenianu dwusodowego o c(EDTA) = 0,05 mol/l, g.

5.3.3.5. Wynik oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,20%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 150 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_1) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

a_1 - masa wysuszonej pozostałości, g,
 m_2 - odważka badanego azotanu wapniowego, g.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - przygotowane wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego azotanu wapniowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Do roztworu porównawczego dodać:
dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. - 0,10 mg Cl^- .

5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - przygotowane wg PN-82/C-04519 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego azotanu wapniowego dla odczynnika cz.d.a. lub 1 g dla odczynnika cz., odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Do roztworów porównawczych dodać:
dla odczynnika cz.d.a. - 0,10 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz. - 0,20 mg SO_4^{2-} .

5.3.7. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory - przygotowane wg PN-82/C-04503 p. 2.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 5 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.

Do roztworów porównawczych dodać:
dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg PO_4^{3-} ,
dla odczynnika cz. - 0,02 mg PO_4^{3-} .

5.3.8. Oznaczanie pH 5% (m/m) roztworu wodnego

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory - przygotowane wg PN-88/C-04963 p. 2.2.3.

5.3.8.2. Aparatura i przyrządy - przygotowane wg PN-88/C-04963 p. 2.2.2.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml.

Po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do 100 ml i wymieszać.

Oznaczanie wykonać wg PN-89/C-04963 p. 2.2.6.

5.3.9. Oznaczanie zawartości baru, strontu i magnezu (Ba^{2+} , Sr^{2+} , Mg^{2+})

5.3.9.1. Zasada metody. Zawartość baru, strontu i magnezu oznacza się za pomocą spektrografu emisyjnego metodą krzywej wzorcowej.

5.3.9.2. Odczynniki, roztwory i materiały pomocnicze

a) Elektrody grafitowe spektralnie czyste produkcji CSRS o \emptyset 6 mm typu SU 316, głębokości kraterka 2,5 mm i SU 202 z zakończeniem stożkowym.

b) Mieszanina zawierająca 10% (m/m) proszku grafitowego i 90% (m/m) azotanu wapniowego, przygotowana w następujący sposób: odważyć 22,5 g azotanu wapniowego spektralnie czystego i 2,5 g proszku grafitowego spektralnie czystego. Odważki przenieść ilościowo do wkładu młynka, całość ucierać w ciągu 20 min przy amplitudzie 6-7. Przygotowaną mieszaninę przechowywać w szczelnie zamkniętym naczynku z polietylenu.

c) Płyty fotograficzne ORWO Blau Hart WU-2.

d) Proszek grafitowy spektralnie czysty SU 601.

e) Tlenek magnezu, chlorek baru, węglan strontu spektralnie czysty.

f) Utrwalacz zwykły kwaśny przygotowany w następujący sposób: rozpuścić kolejno w 500 ml wody destylowanej 400 g tiosiarczanu sodowego i 25 g pirosiarczynu potasowego, uzupełnić objętość roztworu wodą destylowaną do 1000 ml i wymieszać.

g) Wywoływacz ID-2 rozcieńczony przed użyciem wodą 1:2.

h) Azotan wapniowy spektralnie czysty.

i) Tiosiarczan sodowy.

j) Pirosiarczyn potasowy.

5.3.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrograf dużej dyspersji, np. PGS-2.

b) Generator łuku prądu stałego.

c) Mikrofotometr nierejestrujący.

d) Spektroprojektor.

e) Młynek elektromagnetyczny typu 00502 produkcji Fritscha z wkładem i kulą z agatu.

f) Waga torsyjna.

g) Moździerz agatowy.

h) Parownica kwarcowa.

5.3.9.4. Przygotowanie próbek wzorcowych. Ze świeżo wysuszonych w temperaturze 400°C tlenku magnezowego, chlorku barowego i węglanu strontowego odważyć następujące ilości:

MgO - 33 mg

BaCl₂ - 30 mg

SrCO₃ - 34 mg

97 mg

Odważki przenieść ilościowo do wkładu młynka, dodać 1,703 g azotanu wapniowego spektralnie czystego, uprzednio wysuszonego pod promiennikiem podczerwieni do stałej masy i 0,2000 g proszku grafitowego.

Całość ucierać przez 40 min przy amplitudzie 6-7.

Otrzymany wzorzec podstawowy zawiera po 1% Mg, Ba, Sr. Wzorzec podstawowy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczynku z polietylenu.

Serię rozcieńczonych wzorców roboczych o zakresie stężeń $1 \cdot 10^{-1}\%$ ÷ $1 \cdot 10^{-3}\%$ przygotować przez kolejne rozcieńczanie wzorca podstawowego mieszaniną sporządzoną zgodnie z 5.3.9.2b) wg tabl. 2.

Ustawienie kalimatora - F - 9,6.
Skośne ustawienie szczeliny φ 5,2.
Szerokość szczeliny spektrografu - 0,02 nm.
Odległość między elektrodami - 3 mm.
Przesłona pośrednia - 3,2 mm.

Tablica 2

Numer wzorca	Wzorzec wyjściowy o zawartości pierwiastka %	Odważka wzorca wyjściowego mg	Odważka mieszaniny mg	Stężenie pierwiastka w otrzymanym wzorcu %
1	2	3	4	5
W-0	1	2500	2500	$5 \cdot 10^{-1}$
W-1	1	500	4500	$1 \cdot 10^{-1}$
W-2	1	150	4850	$3 \cdot 10^{-2}$
W-3	$1 \cdot 10^{-1}$	500	4500	$1 \cdot 10^{-2}$
W-4	$1 \cdot 10^{-1}$	150	4850	$3 \cdot 10^{-3}$
W-5	$1 \cdot 10^{-2}$	500	4500	$1 \cdot 10^{-3}$

Rozcieńczone wzorce ucierać w ciągu 30 min, przy amplitudzie 6-7. Przygotowane wzorce przechowywać w szczelnie zamkniętych naczynkach z polietylenu.

W celu przygotowania krzywej wzorcowej, odważyć po 50 mg każdego z wzorców, począwszy od W-5 do W-1 i przenieść ilościowo do kraterków elektrod grafitowych, uprzednio przedpalonych w łuku prądu stałego o natężeniu 6 A w ciągu 15 s.

Elektrody z próbkami wzorcowymi przechowywać do momentu wzbudzenia w kasecie z pleksiglasu.

5.3.9.5. Przygotowanie próbki badanej. Około 2 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w parownicy kwarcowej, uprzednio wytrawionej kwasem solnym. Zawartość parownicy wysuszyć pod promiennikiem podczerwieni do stałej masy. Wysuszoną próbkę przenieść do moździerza agatowego i ucierać w ciągu 10 min, następnie odważyć 0,450 g badanej próbki i 0,050 g proszku grafitowego. Całość ucierać w ciągu 10 min. Odważyć po 50 mg otrzymanej mieszaniny i przenieść ilościowo do kraterków elektrod grafitowych uprzednio przedpalonych w ciągu 15 s w łuku prądu stałego o natężeniu 6 A.

5.3.9.6. Wykonanie oznaczania. Naświetlać kolejno na jedną płytę fotograficzną widmo próbek badanych i próbek wzorcowych w podanych niżej warunkach.

Wzbudzenie: łuk prądu stałego o natężeniu 9 A \pm 0,5 A.

W przypadku stosowania spektrografu siatkowego o dużej dyspersji PGS-2 obowiązują podane niżej warunki.

Kąt strącenia siatki $\alpha + 6,17$ (dla zakresu długości fali 250 ÷ 430 nm do oznaczania magnezu).

Kąt skręcania siatki $\alpha + 9,37$ (dla zakresu długości fali 420 ÷ 580 nm do oznaczania baru i strontu).

Ośłabiacz trójstopniowy o przepuszczalności 10, 50 i 100%.

Czas ekspozycji 60 s.

Elektroda dolna z kraterkiem - katoda.

Elektroda górna z zakończeniem stożkowym - anoda.

W celu otrzymania dokładniejszych wyników, wykonać po 3 ekspozycje próbki badanej w I i II zakresie.

Naświetloną płytę fotograficzną wywołać w temperaturze $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ w ciągu 4 min, utrwalić w ciągu 10 min, wypłukać i wysuszyć.

W otrzymanych widmach próbki badanej i próbek wzorcowych wyznaczyć następujące linie analityczne:

Mg 279,553 nm (dla stężeń poniżej $1 \cdot 10^{-2}\%$).

Mg 277,983 nm (dla stężeń powyżej $1 \cdot 10^{-2}\%$).

Sr 460,733 nm.

Ba 493,408 nm.

Zmierzyć zaczernienie linii analitycznych w widmie próbek badanych i wzorcowych przy odpowiednio dobranej przepuszczalności osłabiacza.

Z otrzymanych pomiarów zaczernień linii analitycznych dla poszczególnych oznaczanych pierwiastków wykreślić krzywe analityczne w układzie $(S_i, \lg c_i)$, gdzie:

S_i - zaczernienie linii analitycznych poszczególnych oznaczanych pierwiastków w próbkach wzorcowych,

c_i - stężenie danego pierwiastka w próbkach wzorcowych w procentach.

Na podstawie średnich zaczernień S_i linii analitycznych poszczególnych pierwiastków w próbce badanej odczytać z odpowiednich krzywych wzorcowych stężenie oznaczanych pierwiastków w procentach.

Zawartość magnezu (X_2), baru (X_3) i strontu (X_4) w badanym azotanie wapniowym obliczyć w $\%$ (m/m) (X_i) wg wzoru

$$X_i = 0,7 \cdot \lg c_i \quad (3)$$

w którym:

i - 2, 3, 4,

c_i - stężenie poszczególnych pierwiastków odczytane z odpowiednich krzywych wzorcowych, g/ml,

0,7 - współczynnik przeliczeniowy z azotanu wapniowego wysuszonego na azotan wapniowy uwodniony.

5.3.9.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech równoległych oznaczeń.

Błąd analizy nie może być większy niż 30.

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

5.3.10.1. Zasada metody. Miedź oznacza się za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z roztworu próbki metodą krzywej wzorcowej.

5.3.10.2. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

5.3.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy, roztwór o $d(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ g/ml oraz o $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001$ mol/l.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony wodą (1+99). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

5.3.10.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,7 nm. Przygotowanie przyrządu do oznaczania należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.10.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 i 5,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego miedzi, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi odpowiednio $5 \cdot 10^{-8}$, $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$ i $6 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

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

5.3.10.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml wprowadzić 2 g badanego azotanu wapniowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję miedzi w sporządzonym roztworze A w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość miedzi (X_5) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_5 = \frac{c_5 \cdot V_1 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

c_5 - stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 - objętość roztworu A, ml,

m_3 - odważka badanego azotanu wapniowego, g.

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

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

5.3.11.1. Zasada metody. Ołów oznacza się za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z roztworu próbki metodą dodatków.

5.3.11.2. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z korekcją tła i kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnątkową.

5.3.11.3. Odczynniki i roztwory

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

5.3.11.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pracy z korekcją tła, ustalonych dla stosowanego aparatu.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Ołów należy oznaczać przy długości fali 283,3 nm.

5.3.11.5. Wykonanie oznaczania. Do każdej z 4 kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić po 25,00 g badanego azotanu wapniowego, uprzednio rozpuszczonego w wodzie w zlewce na gorąco i ochłodzonego.

Do kolb dodać kolejno: 0; 0,5; 1,0 i 2,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenia dodatków wzorca w poszczególnych kolbach wynoszą 0, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ i $2,0 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję ołowiu w sporządzonych roztworach, w optymalnych warunkach pomiaru. Zawartość ołowiu (X_6) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_6 = \frac{\sum X_n}{3} \quad (5)$$

w którym:

$n = \text{I, II i III,}$

$$X_n = \frac{A_0 \cdot V_2 \cdot c_n \cdot 100}{(A_n - A_0) m_4} \quad (6)$$

w którym:

A_0 - absorbancja próbki bez dodatku wzorca,

V_2 - objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

c_n - stężenie dodatku wzorca, g/ml,

A_n - absorbancja roztworu próbki z dodatkiem wzorca,

m_4 - odważka badanej próbki, g.

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

5.3.12. Oznaczanie zawartości sodu i potasu (Na^+ , K^+)

5.3.12.1. Zasada oznaczania. Sód i potas oznacza się za pomocą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z roztworu próbki metodą krzywej wzorcowej.

5.3.12.2. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa sodowa z katodą wnąkową.

c) Lampa potasowa z katodą wnąkową.

5.3.12.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o gęstości $d(\text{HNO}_3) = 1,4$ g/ml, rozcieńczony wodą w stosunku 1:1.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Na^+ , przygotowany wg PN-88/C-04953 p. 2.4, rozcieńczony wodą (1+99). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Na^+ .

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-88/C-04953 p. 2.4, rozcieńczony wodą (1+99) ml. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g K^+ .

d) Węglan wapnia spektralnie czysty lub innej czystości, nie zawierającej jonów sodu i potasu, roztwór 5%(m/m) przygotowany w sposób następujący: do zlewki wytrawionej kwasem azotowym pojemności 150 ml odważyć 5,00 g węglanu wapnia, zwilżyć wodą i dodać ostrożnie kroplami 20 ml kwasu azotowego.

Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

5.3.12.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla stosowanego aparatu.

Sód należy oznaczać przy długości fali 589,0 nm, a potas przy długości fali 766,5 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.12.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić po 12,5 ml roztworu przygotowanego wg 5.3.12.3d) oraz kolejno 0; 2,0; 4,0;

6,0; 8,0 i 10,0 ml każdego z rozcieńczonych roztworów wzorcowych sodu i potasu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie sodu i potasu w poszczególnych kolbach wynosi 0, $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję sodu, a następnie potasu w przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykresy krzywych wzorcowych.

5.3.12.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 25,0 ml roztworu A przygotowanego wg 5.3.10.6, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać roztwór B. Zmierzyć absorbancję sodu, a następnie potasu w sporządzonym roztworze, w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość sodu (X_7), a następnie potasu (X_8) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_{7,8} = \frac{c_{7,8} \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m_3 \cdot V_2} \quad (7)$$

w którym:

$c_{7,8}$ - stężenie sodu lub potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 - objętość roztworu A wg 5.3.10.6, ml,

V_2 - objętość roztworu pobrana z roztworu A, ml,

V_3 - objętość roztworu przygotowanego do pomiaru roztworu B, ml,

m_3 - odważka badanej próbki wg 5.3.10.6, g.

5.3.12.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń.

Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

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

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory - przygotowane wg PN-81/C-04521/03 p. 4 oraz nadmanganian potasowy, roztwór $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,1$ mol/l przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.9.2.

5.3.13.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego azotanu wapniowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 2 ml kwasu solnego, 2 krople nadmanganianu potasowego i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 7.

Do roztworów porównawczych dodać dla gatunku cz. d. a. 0,01 mg Fe^{3+} , dla gatunku cz. - 0,025 mg Fe^{3+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe - Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6191-05

a) wprowadzono oznaczanie zawartości strontu w gatunku cz.d.a. oraz sodu i potasu w gatunku cz.d.a. i cz.,

b) wprowadzono oznaczanie zawartości miedzi i ołowiu metodą spektrometrii absorpcji atomowej,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości magnezu, baru i strontu metodą spektralną.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

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

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

PN-88/C-04953 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu metodą fotometrii płomieniowej

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

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

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

PN-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 x 1200 - EUR

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

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

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

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53 poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV). (Dz. TZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

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.)

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

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

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

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu kolejami 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. Autorzy projektu normy - mgr inż. Helena

Czepelak, mgr inż. Nadzieja Lewandowska, Łucja Kuflik - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe - Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.