

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Odczynniki Węglan miedziowy zasadowy	6191-52
		Zamiast BN-65/6191-52
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest węglan miedziowy zasadowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan miedziowy ma:

- a) wzór chemiczny: $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową (dla preparatu bezwodnego): 221,10 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki węglanu miedziowego zasadowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu miedziowego zasadowego czystego do analizy:

WĘGLAN MIEDZIOWY ZASADOWY cz.d.a.
BN-87/6191-52

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan miedziowy zasadowy powinien mieć postać szarzielonego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie oraz alkoholu, rozpuszczalnego w kwasach mineralnych i amoniaku.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Węglan miedziowy zasadowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym dla materiałów niebezpiecznych¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe

— słoje ze szkła oranżowego typu POCh wg BN-83/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wyłożonego podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną wg BN-73/6419-02,

— nakrętki dodatkowo zabezpieczone taśmą samoprzylepną szerokości 25 lub 50 mm wg BN-73/6419-04. Masa netto: 100, 500, 250, 1000 g.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

Węglan miedziowy zasadowy jest zaliczany Rozporządzeniem Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej do substancji szkodliwych „Wykaz B⁴⁾”). Należy na etykiecie umieścić dodatkowy napis: „Ostrożnie środek szkodliwy“.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Miedzi (Cu), %(<i>m/m</i>) w granicach	54 ÷ 56	52 ÷ 56
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym, %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,01	0,02
c) Chlorków (Cl ⁻), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	0,01
d) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	0,02
e) Żelaza (Fe ³⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,02	0,04
f) Sodiu (Na ⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,15	0,3
g) Potasu (K ⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,01	0,02
h) Wapnia (Ca ²⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,04	0,08
i) Cynku (Zn ²⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
j) Ołowiu (Pb ²⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
k) Niklu (Ni ²⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,03	nie normalizuje się
l) Azotu ogólnego (N), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,02	0,05

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 kwietnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1987, poz. 25)

4.2.3. 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 i bębny tekturowe muszą być odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg BN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy 2, odmiany 1.

Opakowania transportowe dla słoje stanowią skrzynki drewniane zamknięte wykonane wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy 2 i odmiany 1.

Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym np. folią pneumopak lub innym podobnym i układać w skrzynkach w jednej warstwie. Dopuszczalna liczba warstw składowania dla beczek drewnianych i dla skrzynek — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych — 1.

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

Opakowania do celów transportowych powinny być zgodne z obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych. Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego i transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowania, ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania transportowe należy formować na paletach 800×1200-EUR wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą i stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1750 mm.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001.

Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić co najmniej

- oznaczenie wg 2.2,
- odpowiednie znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,
- dopuszczalną liczbę warstw składowania i ładowania wg 4.2.3,
- nalepkę ostrzegawczą wg wzoru 6.1 A(RID)ADR.

4.3. Przechowywanie. Węglan miedziowy zasadowy należy przechowywać w krytych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych. Liczba warstw składowania dla beczek drewnianych i dla skrzynek — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych 1. Okres gwarancji dla węglanu miedziowego zasadowego wynosi dwa lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Węglan miedziowy zasadowy jest materiałem niebezpiecznym kl. 6.1 l.m. 601 p. 68c RID,

kl. 6.1 l.m. 2601 p. 68c ADR. Należy przewozić go zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi dla materiałów niebezpiecznych²⁾.

Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami. Wagony lub samochody powinny być zaopatrzone w znaki manipulacyjne, a samochody w tablice ostrzegawcze oraz mieć potwierdzenie o dopuszczeniu do eksploatacji. Wagony powinny być zaopatrzone z obu stron w nalepkę ostrzegawczą wg wzoru 6.1A RID/ADR.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości miedzi (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2f),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2g),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2h),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2i),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2j),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2k),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2l).

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

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 100 g,
- liczba 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
powyżej 160	10

- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 400 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Czystość odczynników. Przy wykonywaniu analiz należy stosować odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu)

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy.
- Kwas fosforowy o $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1,7 \text{ g/ml}$.
- Rodanek amonowy.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 0,5%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.61.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,4000 g badanego węglanu miedziowego zasadowego rozpuścić w 20 ml

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

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

wody, dodać 5 ml kwasu fosforowego i ogrzać do wrzenia w celu usunięcia dwutlenku węgla. Po oziębieniu, dodać 80 ml wody, 2 g jodku potasowego i 1 g rodniku amonowego. Dobrze wymieszać i wydzielony jod natychmiast odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi.

Zawartość miedzi (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,006354 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego ściśle o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m_1 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g,

0,006354 — ilość miedzi odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego ściśle o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, g.

5.3.3. Oznaczenie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym. 20,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego rozpuścić w 200 ml wody i następnie dodać ostrożnie 20 ml kwasu siarkowego $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$. Roztwór w zlewce przykrytej szkiełkiem zegarkowym ogrzewać w ciągu 1 h na łaźni wodnej, następnie przesączyć przez uprzednio zważony szklany tygiel do sączenia nr 4. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym obliczyć w procentach (X_2) wg wzoru

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

w którym:

a — masa wysuszonej pozostałości, g,

m_2 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

5.3.4. Oznaczenie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Azotan srebra, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Kwas azotowy o $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.
- Roztwór wzorcowy zawierający Cl^- , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.17 i rozcieńczony w stosunku 10:990.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

d) Roztwór wzorcowy węglanu miedziowego zasadowego nie zawierającego chlorków, przygotowany w następujący sposób: 4,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego rozpuścić w mieszaninie 80 ml wody i 8 ml kwasu azotowego w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dobrze wymieszać dodać 4 ml roztworu azotanu srebra, dopełnić wodą do kreski i pozostawić na 12 h w ciemnym miejscu. Po upływie tego czasu klarowny roztwór zdekantować z nad osadu przez sączonek wymyty gorącą wodą.

Do przyrządzenia roztworu porównawczego należy pobrać 25 ml tego roztworu.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 badanego węglanu miedziowego zasadowego rozpuścić w mieszaninie 20 ml wody i 2 ml kwasu azotowego. Otrzymany roztwór zagotować w celu odpędzenia CO_2 , oziębować, rozcieńczyć wodą do 35 ml i dodać 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany węglan miedziowy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja powstała w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsza niż opalescencja powstała w jednocześnie przygotowanym roztworze porównawczym zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^-

i 25 ml roztworu węglanu miedziowego zasadowego nie zawierającego chlorków.

5.3.5. Oznaczenie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz roztwór węglanu miedziowego zasadowego nie zawierający siarczanów przygotowany w następujący sposób: 4,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego rozpuścić w 50 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 2,5 ml kwasu solnego, 5 ml roztworu chlorku barowego, uzupełnić objętość do 100 ml i zostawić na 12 h. Po upływie tego czasu, zdekantować przezroczysty roztwór z nad osadu i do każdego roztworu porównawczego stosować 20 ml (0,8 g).

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,80 g badanego węglanu miedziowego zasadowego rozpuścić w 20 ml wody i 1 ml kwasu solnego $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$ i wykonać oznaczenia wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2. Badany węglan miedziowy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,16 mg SO_4^{2-}

i 20 ml roztworu węglanu miedziowego zasadowego nie zawierającego siarczanów.

5.3.6. Oznaczenie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.6.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa żelazowa z katodą wnękową.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny o $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} przygotowany w następujący sposób: 4,8400 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 200 ml wody i następnie dopełnić wodą do 1 l. Roztwór rozcieńczyć 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Fe}^{3+}$.

5.3.6.3. Warunki fotometrowania. Oznaczenie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego preparatu. Żelazo należy oznaczać przy długości fali

równej 248,3 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.6.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5, 2, 3, 6, 8 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego żelaza, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $5 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $6 \cdot 10^{-6}$, $8 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

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

5.3.6.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 2 ml kwasu solnego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję żelaza w warunkach podanych w 5.3.6.3.

Zawartość żelaza obliczyć w procentach (X_3) wg wzoru

$$X_3 = \frac{c_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

- c_1 — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V_2 — objętość roztworu badanego węglanu miedziowego zasadowego, ml,
- m_3 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

5.3.7. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (Na+K+Ca)

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrofotometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa sodowa z katodą wnękową.
- c) Lampa potasowa z katodą wnękową.
- d) Lampa wapniowa z katodą wnękową.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek lantanowy, roztwór 0,4% (m/m), przygotowany w następujący sposób: 1,35 g chlorku lantanowego zwilżyć wodą, dodać 1 ml kwasu solnego spektralnie czystego, rozpuścić w 250 ml wody i dopełnić wodą do objętości 500 ml.

b) Kwas solny spektralnie czysty.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Na^+ , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d), rozcieńczony wodą w stosunku 10+90.

1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Na^+ .

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e), rozcieńczony wodą w stosunku 10+90.

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

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4b), rozcieńczony wodą w stosunku 10+90.

1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ca^{2+} .

5.3.7.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Sód należy oznaczać przy długości fali równej 589,0 nm, potas — przy długości fali równej 766,5 nm, wapń — przy długości fali równej 422,7 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.7.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno po: 1, 3, 5, 7 ml rozcieńczonych roztworów potasu i wapnia, dodać po 1 ml kwasu solnego, po 20 ml roztworu chlorku lantanowego, uzupełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie potasu i wapnia w przygotowanych roztworach powinno wynosić $1 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$, $7 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno po: 0,1, 0,3, 0,5 i 0,7 ml rozcieńzonego roztworu sodu, dodać po 1 ml kwasu solnego spektralnie czystego, po 20 ml roztworu chlorku lantanowego, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie sodu w przygotowanych roztworach powinno wynosić odpowiednio: $1 \cdot 10^{-7}$, $3 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$, $7 \cdot 10^{-7}$ g/ml.

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

5.3.7.5. Wykonanie oznaczania

a) 1,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 1 ml kwasu solnego i 20 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję potasu i wapnia w warunkach podanych w 5.3.7.3.

Zawartość potasu (X_4) i wapnia (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{4,5} = \frac{c_{2,3} \cdot V_3 \cdot 100}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

- $c_{2,3}$ — stężenie potasu, wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V_3 — objętość roztworu A, ml,
- m_4 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

b) 1 ml roztworu A umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję sodu w warunkach podanych w 5.3.7.3.

Zawartość sodu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{c_4 \cdot V_4 \cdot 100 \cdot 100}{m_5} \quad (5)$$

w którym:

- c_4 — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V_4 — objętość roztworu A, ml,
- m_5 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})**5.3.8.1. Aparatura i przyrządy**

a) Spektrofotometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny o $\rho(HCl) = 1,18$ g/ml.

b) Kwas solny, roztwór o $c(HCl) = 5$ mol/l.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 1,000 g cynku metalicznego rozpuścić w 30 ml kwasu solnego o $c(HCl) = 5$ mol/l, a następnie dopełnić wodą do 1 l.

Roztwór rozcieńczyć w stosunku 10+90, 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Zn^{2+} .

5.3.8.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Cynk należy oznaczać przy długości fali równej 213,9 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

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

Stężenie cynku w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $0,5 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję cynku w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.8.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu miedziowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 2 ml kwasu solnego o $\rho(HCl) = 1,18$ g/ml rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję cynku w warunkach podanych w 5.3.8.3.

Zawartość cynku (X_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{c_5 \cdot V_5 \cdot 100}{m_6} \quad (6)$$

w którym:

c_5 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_5 — objętość roztworu badanego węglanu miedziowego zasadowego, ml,

m_6 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

5.3.9. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb^{2+})**5.3.9.1. Aparatura i przyrządy**

a) Spektrofotometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnątkową.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy, roztwór 25%(m/m).

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 1,598 g azotanu ołowianego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze $100 \div 105^\circ C$, rozpuścić w 100 ml wody

i następnie dopełnić wodą do 1 l. Roztwór rozcieńczyć 10+90.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.3.9.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach podanych dla posiadanego aparatu. Ołów należy oznaczać przy długości fali 283,3 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.9.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5, 1, 2, 4 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $0,5 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

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

5.3.9.5. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 3 ml kwasu azotowego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję ołowiu w warunkach podanych w 5.3.9.3.

Zawartość ołowiu (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{c_6 \cdot V_6 \cdot 100}{m_7} \quad (7)$$

w którym:

c_6 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_6 — objętość roztworu badanego węglanu miedziowego zasadowego, ml,

m_7 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

5.3.10. Oznaczanie zawartości niklu (Ni^{2+})**5.3.10.1. Aparatura i przyrządy**

a) Spektrofotometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa niklowa z katodą wnątkową.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie czysty, roztwór 25%(m/m).

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ni^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 4,9530 g azotanu niklowego sześciowodnego rozpuścić w 100 ml wody i następnie dopełnić wodą do 1 l.

Roztwór rozcieńczyć w stosunku 10+90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ni^{2+} .

5.3.10.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Nikiel należy oznaczać przy długości fali 232 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1, 3, 5, 7, 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego niklu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie niklu w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $1 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$, $7 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

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

5.3.10.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 badanego węglanu miedziowego zasadowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 2 ml kwasu azotowego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję niklu w warunkach podanych w 5.3.10.3.

Zawartość niklu (X_9) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{c_7 \cdot V_7 \cdot 100}{m_8} \quad (8)$$

w którym:

c_7 — stężenie niklu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_7 — objętość roztworu badanego węglanu miedziowego zasadowego, ml,

m_8 — odważka badanego węglanu miedziowego zasadowego, g.

5.3.11. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.3.11.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.1.

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

oraz

Kwas solny o $\rho(\text{HCl}) = 1,18$ g/ml.

5.3.11.3. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego węglanu miedziowego zasadowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 2 ml kwasu solnego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 50 ml roztworu przenieść do kolby aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04527 p. 2.4.4. Badany węglan miedziowy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze jest mniejsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,4 mg N,

dla odczynnika cz. — 1 mg N.

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-65/6191-52

a) wprowadzono oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia zamiast oznaczania metali niestrącalnych siarkowodorem (jako siarczany),

b) wprowadzono oznaczanie dopuszczalnej zawartości cynku, ołowiu i niklu dla gatunku cz.d.a.,

c) dla oznaczania zawartości siarczanów wprowadzono metodę turbidymetryczną,

d) dla oznaczania zawartości żelaza wprowadzono metodę absorpcji atomowej,

e) obniżono dopuszczalne granice zawartości siarczanów, żelaza i azotu ogólnego,

f) podwyższono wymaganą granicę zawartości głównego składnika dla gatunku cz.d.a.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii 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-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowania. 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 jednostkowe z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastyfikowanego polichloroku 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.)

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

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

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

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

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 Zdrowia i Opieki Społecznej w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.)

4. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Autorzy projektu normy — dr Mirosław Dankiewicz, Renata Wójtowicz — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne“, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.