

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-85</b>
	Odczynniki <b>Azotan niklawy uwodniony</b>	<b>6191-181</b>
		Grupa katalogowa 1051

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest azotan niklawy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan niklawy uwodniony ma:

- a) wzór chemiczny —  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  
b) masę molową — 290,8 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 cztery gatunki azotanu niklawego uwodnionego, oznaczone:

cz.d.a. bez Co — czysty do analizy wolny od kobaltu,

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. bez Co — czysty wolny od kobaltu,

cz. — czysty.

**2.2. Przykład oznaczenia** azotanu niklawego uwodnionego czystego do analizy wolnego od kobaltu:

AZOTAN NIKLAWY uw. cz.d.a. bez Co      BN-85/6191-181

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Azotan niklawy uwodniony powinien mieć postać niebieskozielonych kryształów rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu, z lekka wietrzejących w suchym powietrzu i szybko rozplwających się w wilgotnym powietrzu.

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

Tablica 1-

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 5.3.2	
b) Azotanu niklawego uwodnionego ( $\text{Ni}/\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , % (m/m), nie mniej niż	98,0	98,0
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
d) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
e) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
f) Ołowiu ( $\text{Pb}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
g) Miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
h) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Kobaltu ( $\text{Co}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,02
j) Cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
k) Sodiu ( $\text{Na}^+$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
l) Potasu ( $\text{K}^+$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
m) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01

Dla gatunków cz.d.a. bez Co i cz. bez Co dopuszcza się zawartość kobaltu 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.** Odczynniki należy pakować, znakować, 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 wyłożoną 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 tekturowych<sup>1)</sup> 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 i odmiany 1. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym i układać w skrzyniach 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.

Azotan nikławy 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,
- datę produkcji lub nr partii,
- liczbę opakowań jednostkowych w opakowaniu transportowym,
- masę brutto opakowania transportowego,
- znaki manipulacyjne na skrzyniach wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,
- dopuszczalną liczbę warstw składowania dla beczek drewnianych i dla skrzynek — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych — 1,
- dopuszczalną liczbę warstw ładowania dla skrzynek — 4, dla beczek — 3, dla palet skrzynkowych z drutu — 2, dla bębnow tekturowych — 1.

**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 stabilną jednostkę ładunkową.

**4.4. Przechowywanie.** Azotan nikławy uwodniony należy przechowywać w krytych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych.

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

Okres gwarancji dla azotanu nikłowego wynosi 2 lata od daty produkcji.

**4.5. Transport.** Azotan nikławy uwodniony należy przewozić dowolnym krytym środkiem transportu. Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek — 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 transportowymi<sup>2)</sup>.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie tożsamości (3.2a),
- oznaczanie zawartości azotanu nikłowego uwodnionego (3.2b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2f),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości kobaltu (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 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,
- 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.

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

<sup>2)</sup> 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

- Amoniak, roztwór 10%(m/m),
- Dwumetylogioksym, roztwór alkoholowy 1%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.26.
- Kwas siarkowy,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ .
- Siarczan żelazawy, roztwór nasycony.

##### 5.3.2.2. Wykonanie oznaczania

a) 0,1 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w 20 ml wody, dodać 20 ml roztworu dwumetylogioksymu, wymieszać i dodać amoniaku do odczynu słabo zasadowego. Powinien wytrącać się czerwony osad dwumetylogioksymu nikiu.

b) 0,5 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w probówce w 5 ml wody, dodać 1 ml siarczanu żelazawego i ostrożnie po ściance dodać 3 ml kwasu siarkowego; na granicy warstw powinna powstać brązowa obwódka.

#### 5.3.3. Oznaczanie zawartości azotanu niklawego uwodnionego $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

**5.3.3.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04950 p. 2.4.1.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 0,5000 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w 50 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04950 p. 2.6.15.

Zawartość azotanu niklawego uwodnionego obliczyć w procentach ( $X_1$ ) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,01454 \cdot 100}{m_1} - X_5 \quad (1)$$

w którym:

- $V_1$  — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu  $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$  zużyta do miareczkowania, ml,  
 0,01454 — masa azotanu niklawego 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 azotanu niklawego, g,  
 $X_5$  — zawartość kobaltu oznaczona wg 5.3.9.4, %.

**5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 60,00 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w 250 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany azotan niklawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli ciężar wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

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

#### 5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}$ )

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz roztwór azotanu niklawego nie

zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 5,00 g azotanu niklawego rozpuścić w 150 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu azotowego i 5 ml roztworu azotanu srebra i odstawić na 18 ÷ 20 h. Następnie roztwór przesączyć i do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 33 ml przesącza.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2. Badany azotan niklawy 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. — 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ ,  
 dla odczynnika cz. — 0,05 mg  $\text{Cl}^-$

i 33 ml roztworu azotanu niklawego nie zawierającego chlorków.

#### 5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1. oraz:

Roztwór azotanu niklawego nie zawierający siarczanów, przygotowany w następujący sposób: 2,5 g badanego azotanu niklawego 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 nad osadu i do każdego roztworu porównawczego stosować 20 ml (0,5 g).

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 sposób A.

Badany azotan niklawy 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. — 0,025 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  
 dla odczynnika cz. — 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

i 20 ml roztworu azotanu niklawego nie zawierającego siarczanów.

#### 5.3.7. Oznaczanie zawartości ołowiu ( $\text{Pb}^{2+}$ )

##### 5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

- Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- Lampa ołowiowa z katodą wnątkową.

##### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór soli spektralnie cz. przygotowany w następujący sposób: 0,5047 g piklu pyłu spektralnie cz. umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 25 ml, dodać 0,5 ml kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony 10 ÷ 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Pb}^{2+}$ .

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

szerokość szczeliny	0,1 mm,
natężenie prądu lampy	8 mA,
wysokość strefy pomiarowej	10 mm,
przepływ powietrza	500 l/h,
przepływ acetylenu	100 l/h,
skala	80 ÷ 100.

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

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

**5.3.7.5. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego azotanu niklawego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 ml, rozpuścić w wodzie, dodać 2 ml kwasu azotowego, uzupełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbancję tak przygotowanego roztworu badanego oraz roztworu soli spektralnie cz. w warunkach podanych w 5.3.7.3. Od absorbancji próbki odjąć absorbancję tła soli spektralnej. Zawartość ołowiu obliczyć w procentach ( $X_2$ ) wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

$a_1$  — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej po uwzględnieniu absorbancji roztworu soli spektralnie cz., g/ml.

$V_2$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do badań, ml,

$m_2$  — masa odważki badanego azotanu niklawego, g.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ )

#### 5.3.8.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

#### 5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

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

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

**5.3.8.3. 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. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji miedzi dla spektrofotometru do absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS 1N są następujące:

szerokość szczeliny	0,1 mm,
natężenie prądu lampy	5 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 czterech kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć kolejno: 1, 2, 4, 6 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach powinno wynosić  $2 \cdot 10^{-7}$ ,  $4 \cdot 10^{-7}$ ,  $8 \cdot 10^{-7}$ ,  $1,2 \cdot 10^{-6}$  g/ml.

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

**5.3.8.5. Wykonanie oznaczania.** 25 ml roztworu A wg 5.3.7.5 przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Zmierzyć absorbancję roztworu.

Zawartość miedzi obliczyć w procentach ( $X_3$ ) wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 25} \quad (3)$$

w którym:

$a_2$  — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_2$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do badań wg 5.3.7.5, ml,

$m_2$  — masa odważki badanego azotanu niklawego wg 5.3.7.5, g.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ) i kobaltu ( $\text{Co}^{2+}$ )

**5.3.9.1. Aparatura i przyrządy.** Spektrofotometr lub fotokolorymetr z filtrami o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 490 i 620 nm z kuwetami o grubości warstwy 10 mm.

#### 5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Fosforan trójbutylowy.

b) Kwas solny, roztwór o  $c(\text{HCl}) = 0,5$  mol/l.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Fe}^{3+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony 1 + 99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Fe}^{3+}$ .

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Co}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.35, rozcieńczony 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4}$  g  $\text{Co}^{2+}$ .

e) Siarczan sodowy bezwodny.

**5.3.9.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do pięciu rozdzielaczy pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,4, 0,6, 0,8, 1,0, 1,2 ml rozcieńczonego roztworu żelaza oraz: 0,5, 1,5, 2,0, 2,5 ml

rozcieńczonego roztworu wzorcowego kobaltu. Dodać po 20 ml roztworu tiocyjanianu amonowego, wymieszać. Roztwory kolejno ekstrahować dwukrotnie porcjami po 10 ml fosforanu trójbutylowego. Dwie porcje ekstraktu połączyć, przemyć dwukrotnie 20 ml roztworu kwasu solnego, dodać po 1 g siarczanu sodowego, dopełnić do 25 ml. Stężenie żelaza i kobaltu w otrzymanych ekstraktach powinno wynosić odpowiednio:  $1,6 \cdot 10^{-7}$ ,  $2,4 \cdot 10^{-7}$ ,  $3,2 \cdot 10^{-7}$ ,  $4,10 \cdot 10^{-7}$ ,  $4,8 \cdot 10^{-7}$  g/Fe<sup>3+</sup>/ml oraz:  $2 \cdot 10^{-6}$ ,  $4 \cdot 10^{-6}$ ,  $6 \cdot 10^{-6}$ ,  $8 \cdot 10^{-6}$ ,  $1 \cdot 10^{-5}$  g Co<sup>2+</sup>/ml. W przygotowanych ekstraktach zmierzyć absorbancję żelaza przy długości fali 490 nm, a kobaltu przy długości fali 620 nm.

Z otrzymanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe. Jako odnośnik stosować fosforan trójbutylowy.

**5.3.9.4. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu niklawego rozpuścić w 20 ml roztworu tiocyjanianu amonowego, ekstrahować dwukrotnie porcjami po 10 ml fosforanu trójbutylowego.

Połączone porcje ekstraktu przemyć dwukrotnie 20 ml roztworu kwasu solnego, dodać 1 g siarczanu sodowego, dopełnić do 25 ml. Zmierzyć absorbancję żelaza przy długości fali 490 nm i kobaltu przy długości fali 620 nm.

Zawartość żelaza ( $X_4$ ) i kobaltu ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{45} = \frac{a_{34} \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

$a_{3,4}$  — stężenie odpowiednio żelaza i kobaltu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_3$  — objętość ekstraktu przygotowanego do badań, ml,

$m_3$  — masa odważki badanego azotanu niklawego, g.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości cynku (Zn<sup>2+</sup>)

#### 5.3.10.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

#### 5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

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

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

**5.3.10.3. 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 do

absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typu AAS 1N są następujące:

szerokość szczeliny	— 0,2 mm,
napięcie prądu lampy	— 6 mA,
wysokość strefy pomiarowej	— 10 mm,
przepływ powietrza	— 500 l/h,
przepływ acetyleny	— 100 l/h,

**5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 2, 4, 6, 8, 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o  $c(\text{HNO}_3) = 0,001$  mol/l do kreski. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach powinno wynosić  $2 \cdot 10^{-7}$ ,  $4 \cdot 10^{-7}$ ,  $6 \cdot 10^{-7}$ ,  $8 \cdot 10^{-7}$ ,  $1 \cdot 10^{-6}$  g/ml. Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

**5.3.10.5. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu niklawego 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 5.3.10.3. Zawartość cynku obliczyć w procentach ( $X_6$ ) wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_5 \cdot V_4 \cdot 100}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

$a_5$  — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml.

$V_4$  — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml.

$m_4$  — masa odważki badanego azotanu niklawego, g.

### 5.3.11. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (Na<sup>+</sup>+K<sup>+</sup>+Ca<sup>+</sup>)

#### 5.3.11.1. 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.

#### 5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie cz.  $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4$  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 [ $\rho(\text{HCl}) = 1,19$  g/ml], dodać 250 ml wody i ogrzać do rozpuszczenia. Roztwór ochłodzić i uzupełnić wodą do 300 ml.

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

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

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

**5.3.11.3. Warunki fotometrowania.** 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 absorpcji sodu, potasu i wapnia dla spektrofotometru do absorpcji atomowej firmy C. Zeiss typ AAS 1N są następujące:

	$\text{Na}^+$	$\text{K}^+$	$\text{Ca}^+$
szerokość szczeliny	0,1 mm	0,6 mm	0,1 mm
natężenie prądu lampy	4 mA	8 mA	4 mA
wysokość strefy pomiarowej	10 mm	10 mm	10 mm
przepływ powietrza	500 l/h	500 l/h	500 l/h
przepływ acetyleny	100 l/h	100 l/h	120 l/h
filtr nr	1	2	1

**5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno po: 0,4, 0,6, 0,8, 1,0, 1,2 ml rozcieńczonych roztworów sodu, 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  $4 \cdot 10^{-7}$ ,  $6 \cdot 10^{-7}$ ,  $8 \cdot 10^{-7}$ ,  $1 \cdot 10^{-6}$ ,  $1,2 \cdot 10^{-6}$  g/ml.

W przygotowanych roztworach zmierzyć absorpcję sodu, potasu i wapnia, a z otrzymanych wyników pomiarów wykreślić krzywe wzorcowe.

**5.3.11.5. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu niklowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego, 10 ml roztworu lantanowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję sodu, potasu i wapnia w warunkach podanych w 5.3.11.3.

Zawartość sodu ( $X_7$ ), potasu ( $X_8$ ) i wapnia ( $X_9$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{7,8,9} = \frac{a_{7,8,9} \cdot V_5 \cdot 100}{m_5} \quad (6)$$

w którym:

- $a_{7,8,9}$  — stężenie odpowiednio sodu, potasu i wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- $V_5$  — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml,
- $m_5$  — masa odważki badanego azotanu niklowego, 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 PN-57/C-80089

a) zastrzono wymagania dotyczące dopuszczalnej zawartości chlorków dla gatunku cz.d.a. i cz.

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

c) zastrzono wymagania dotyczące dopuszczalnej zawartości kobaltu dla gatunku cz.d.a. i cz. oraz zmodyfikowano metody oznaczania żelaza i kobaltu.

d) wprowadzono oznaczanie cynku metodą absorpcji atomowej i zastrzono wymagania dla gatunku cz.d.a. i cz.

e) wprowadzono oznaczanie sodu, potasu i wapnia metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania metali alkalicznych i ziem alkalicznych jako siarczanów.

Dotychczas obowiązująca PN-57/C-80089 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1986 r.

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

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-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  $800 \times 1200$  — 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. 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. 272/84)

Regulamin PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24

poz. 123 z 1963 r. i z 1968 r. nr 35 poz. 250)

**4. Symbol wg SWW**

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

**5. Autor projektu normy** — dr Mirosław Dankiewicz, mgr inż. Jadwiga Płoucha, mgr Anna Żyśko — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.