

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-86</b>
	Odczynniki <b>Węglan wapniowy</b>	<b>6191-182</b>
		Grupa katalogowa 1051

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest węglan wapniowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan wapniowy ma:

- a) wzór chemiczny  $\text{CaCO}_3$ ,
- b) masę molową 100,09 g/mol.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń ustala się trzy gatunki węglanu wapniowego oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** węglanu wapniowego czystego do analizy:

WĘGLAN WAPNIOWY cz.d.a. BN-86/6191-182

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Węglan wapniowy powinien mieć postać białego mikrokryształicznego proszku, bez zapachu i bez smaku.

Dobrze rozpuszcza się w rozcieńczonych kwasach: solnym, azotowym i octowym, praktycznie nie rozpuszcza się w wodzie.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
1	2	3
a) Zawartość węglanu wapniowego ( $\text{CaCO}_3$ ), $\%(m/m)$ , nie mniej niż	99,0	98,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,005	0,03
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,001	0,01
d) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,005	0,05

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
1	2	3
e) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
f) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,04	nie normalizuje się
g) Metali ciężkich, $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,0005	0,003
h) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,001	0,003
i) Baru ( $\text{Ba}^{2+}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,005	0,01
j) Strontu ( $\text{Sr}^{2+}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się
k) Sodiu i potasu ( $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,01	0,02
l) Magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$ ), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się
m) Arsenu (As), $\%(m/m)$ , nie więcej niż	0,0003	0,0005

Dla gatunku cz. bez alkaliów dopuszcza się zawartość sodu i potasu ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ) nie więcej niż 0,01%.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

### 4.2. Pakowanie

**4.2.1. Opakowania jednostkowe.** Rodzaj opakowania: słoje szklane typu POCh z nakrętką z tworzywa sztucznego i polietylenową chemicznie odporną podkładką, szczelnie zamkniętą wg BN-84/6833-23.

Masa opakowań netto: 250, 500, 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 od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne  
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 25 sierpnia 1986 r.  
 jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1987 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 1/1987 poz. 4)

**4.2.2. Opakowania transportowe** stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100, odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1.

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym.

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

**4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo:

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.4,

b) liczbę warstw ładowania — 3 warstwy zgodnie z PN-84/N-02009,

c) liczbę warstw składowania — 4 warstwy zgodnie z PN-84/N-02009.

**4.3. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach skrzynkowych z drutu, o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216.

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem i deformacją, tak aby z paletą tworzył zwartą stabilną jednostkę ładunkową.

**4.4. Przechowywanie.** Węglan wapniowy powinien być przechowywany w suchych chłodnych, dobrze wentrowanych magazynach. Przechowywany w ww. warunkach zachowuje własności użytkowe przez 2 lata. Opakowania składać w warstwach wg 4.2.4c).

**4.5. Transport.** Węglan wapniowy jest odczynnikiem bezpiecznym, nie ma klasy niebezpieczeństwa RID. Opakowany wg 4.2 może być transportowany dowolnym krytym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi<sup>1)</sup>. W środku transportowym układać w 3 warstwach, zabezpieczając przed przemieszczaniem się.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

a) Oznaczanie zawartości węglanu wapniowego (3.2a),

b) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2b),

c) Oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),

d) Oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),

e) Oznaczanie zawartości fosforanów (3.2e),

f) Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),

g) Oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),

h) Oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),

i) Oznaczanie zawartości baru (3.2i),

j) Oznaczanie zawartości strontu (3.2j),

k) Oznaczanie zawartości sodu i potasu (3.2k),

l) Oznaczanie zawartości magnezu (3.2l),

m) Oznaczanie zawartości arsenu (3.2m).

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbkę należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047 dla odczynnika cz.d.a. i zgodnie z PN-67/C-04500 dla odczynnika cz.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Wytyczne ogólne.** Przy przeprowadzaniu badań należy przestrzegać wymagań wg PN-81/C-01055.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości węglanu wapniowego**

**5.3.2.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kalces, roztwór 0,1%(m/m).

b) Kwas solny,  $d(\text{HCl}) = 1,12$  g/ml.

c) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o stężeniu  $c(\text{EDTA}) = 0,05$  mol/l.

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20%(m/m).

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,1500 g badanego węglanu wapniowego rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 300 ml w 100 ml wody z dodatkiem 1 ml kwasu solnego, dodać 6 ml wodorotlenku sodowego (pH 12), 0,5 ml kalcesu i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z czerwonej na czysto niebieską.

Zawartość węglanu wapniowego ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,005004 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość zużytego do miareczkowania roztworu wersenianu dwusodowego, ml,

0,005004 — ilość węglanu wapniowego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o  $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0,05$  mol/l,

$m$  — masa badanej próbki, g.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym**

**5.3.3.1. Odczynniki.** Kwas solny  $d(\text{HCl}) = 1,12$  g/ml.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** Do 50,00 g badanego węglanu wapniowego dodać 100 ml wody i porcjami około 125 ml kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia się próbki.

Roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość na tyglu przemyć gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym obliczyć w procentach ( $X_1$ ) wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym  $m_1$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

**5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków**

**5.3.4.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1, oraz wodorotlenek sodowy, roztwór 27%(m/m).

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego węglanu wapniowego umieścić w zlewce pojemności 100 ml, zwilżyć 10 ml wody i dodawać porcjami około 4,5 ml kwasu azotowego do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Zbojętnić roztwór wodorotlenkiem sodowym i dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Do roztworów porównawczych dodać 0,01 mg  $\text{Cl}^-$  dla odczynnika cz.d.a. oraz 0,10 mg  $\text{Cl}^-$  dla odczynnika cz. i cz. bez alkaliów.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz wodorotlenek sodowy, roztwór 27%(m/m).

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego węglanu wapniowego umieścić w zlewce pojemności 100 ml, zwilżyć 10 ml wody i dodawać porcjami około 2,5 ml kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Roztwór zobojętnić wodorotlenkiem sodowym i dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Do roztworu porównawczego dodać: 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$  dla odczynnika cz.d.a. oraz 0,5 mg  $\text{SO}_4^{2-}$  dla odczynnika cz. i cz. bez alkaliów.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości fosforanów

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3 oraz:

a) Kwas solny  $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$ .

b) Wodorotlenek sodowy roztwór 2%(m/m).

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego węglanu wapniowego umieścić w zlewce pojemności 100 ml, zwilżyć kilkoma kroplami wody i dodawać porcjami około 12,5 ml kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Roztwór zobojętnić wodorotlenkiem sodowym i rozcieńczyć do objętości 15 ml i dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5.

W przypadku wizualnego zakończenia oznaczania, do roztworu porównawczego dodać 0,05 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

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

**5.3.7.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2 oraz kwas solny  $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$ .

**5.3.7.3. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego węglanu wapniowego umieścić w kolbie kulistej aparatu destylacyjnego, zwilżyć 10 ml wody i rozpuścić w około 2,5 ml kwasu solnego.

Roztwór w kolbie rozcieńczyć wodą do objętości 150 ml, dalej postępować wg PN-81/C-04527 p. 2.4.3.

W przypadku wizualnego zakończenia oznaczania, przygotować roztwór porównawczy przez równoczesne przedestylowanie roztworu zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,4 mg azotu. Badana próbka odpowiada wymaganiom normy przedmiotowej, jeżeli powstałe żółtobrazowe zabarwienie badanego roztworu jest mniej intensywne albo równe zabarwieniu roztworu porównawczego.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich jako sumy ołowiu, miedzi i srebra oraz żelaza, baru, strontu i magnezu

#### 5.3.8.1. Odczynniki i materiały pomocnicze

a) Elektrody grafitowe spektralnie czyste produkcji CSRS, typu SU 316 i SU 202/0  $\varnothing 6 \text{ mm}$  Su 316, głębokości kraterka 2,5 mm SU 202 z zakończeniem stożkowym).

b) Mieszanina zawierająca 10% proszku grafitowego i 90% węglanu wapniowego, przygotowana w następujący sposób: odważyć 18 g węglanu wapniowego spektralnie czystego i 2 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 Agfa Gevaert 34 B 50 lub ORWO Blau Hart WU-2.

d) Proszek grafitowy spektralnie czysty SU 601.

e) Tlenki — żelazowy, ołowiowy, miedziowy i magnezowy; azotany — srebrowy i strontu oraz chlorek barowy spektralnie czysty.

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

g) Węglan wapniowy spektralnie czysty.

h) Wywoływacz ID-2 rozcieńczony przed użyciem wodą 1+2.

#### 5.3.8.2. Aparatura i przyrządy

a) Generator łuku prądu stałego.

b) Mikrofotometr nie rejestrujący.

c) Młynek elektromagnetyczny typ 00502, produkcji Fritscha, z wkładem i kulą z agatu.

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

e) Spektroprojektor.

f) Waga torsyjna.

**5.3.8.3. Przygotowanie próbek wzorcowych** — ze świeżo wysuszonych lub przeprażonych tlenków metali oraz azotanu srebra i strontu, chlorku barowego.

Odważyć następujące ilości:

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  — 28 mg

$\text{PbO}$  — 21 mg

$\text{MgO}$  — 33 mg

$\text{CuO}$  — 25 mg

$\text{AgNO}_3$  — 31 mg

$\text{BaCl}_2$  — 30 mg

$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  — 48 mg

216 mg

Odważki przenieść ilościowo do wkładu młynka, dodać 1,584 g węglanu wapniowego spektralnie czystego i 0,2000 g proszku grafitowego. Całość ucierać w ciągu 40 min, przy amplitudzie 6-7.

Otrzymany wzorzec podstawowy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczynku z polietylenu.

Serię rozcieńczonych roztworów wzorcowych roboczych o zakresie stężeń  $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^{-4}\%$  przygotować przez kolejne rozcieńczenie wzorca podstawowego mieszaniną sporządzoną w 5.3.8.1f) wg tabl. 2.

Tablica 2

Numer wzorca	Wzorzec wyjściowy o zawartości pierwiastka %	Odważka wzorca wyjściowego mg	Odważka mieszaniny g	Stężenie pierwiastka w otrzymanym wzorcu %
1	2	3	4	5
1	1	500	4,500	$1 \cdot 10^{-1}$
2	$1 \cdot 10^{-1}$	500	4,500	$1 \cdot 10^{-2}$
3	$1 \cdot 10^{-1}$	150	4,850	$3 \cdot 10^{-3}$
4	$1 \cdot 10^{-2}$	500	4,500	$1 \cdot 10^{-3}$
5	$1 \cdot 10^{-2}$	150	4,850	$3 \cdot 10^{-4}$
6	$1 \cdot 10^{-3}$	500	500	$1 \cdot 10^{-4}$

Wzorce rozcieńczone 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 ze wzorców, począwszy od W-6 do W-1 i przenieść ilościowo do kraterka, uprzednio przedpalonych w łuku prądu stałego o natężeniu 6A w ciągu 20 s, elektrod grafitowych.

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

**5.3.8.4. Przygotowanie próbki badanej.** 0,900 g badanego węglanu wapniowego umieścić we wkładzie młynka, dodać 0,100 g proszku grafitowego, całość ucierać w ciągu 5 min, przy amplitudzie 6-7. Odważyć po 50 mg otrzymanej mieszaniny, przenieść ilościowo do kraterka, uprzednio przedpalonych w ciągu 15 s w łuku prądu stałego o natężeniu 6A, elektrod grafitowych.

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

Wzbudzenie łuku prądu stałego do natężenia  $9 \text{ A} \pm 0,5 \text{ A}$ . W przypadku stosowania spektrografu siatkowego o dużej dyspersji PGS-2, obowiązują podane niżej warunki.

Kąt skręcenia siatki  $\alpha$  dla I zakresu  $+6,17$  (dla zakresu długości fali  $250 \div 430 \text{ nm}$ ).

Kąt skręcenia siatki  $\alpha$  dla II zakresu  $+9,37$  (dla zakresu długości fali  $420 \div 580 \text{ nm}$  dla oznaczania baru i strontu).

Oslabiacz trójstopniowy o przepuszczalności 10, 50 i 100%.

Ustawienie kolimatora —  $F 9,6$ .

Skośne ustawienie szczeliny  $\varphi 5,2$ .

Szerokość szczeliny spektrografu —  $0,02 \text{ mm}$ .

Odległość między elektrodami —  $3 \text{ mm}$ .

Przesłona pośrednia —  $3,2 \text{ mm}$ .

Czas ekspozycji —  $60 \text{ s}$ .

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  $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ , w ciągu 4 min, utrwalić w ciągu 10 min, wypłukać i wysuszyć.

W otrzymanych widmach próbek badanych i próbek wzorcowych wyznaczyć następujące linie analityczne:

Mg 279,553 nm,

Pb 283,306 nm,

Sr 460,733 nm,

Fe 302,064 nm,

Cu 324,754 nm,

Ag 328,068 nm,

Ba 493,40 nm.

Zmierzyć zaczerwienienie linii analitycznej przy odpowiednio dobranej przepuszczalności osłabiacza w widmie próbek badanych i próbek wzorcowych.

Z otrzymanych pomiarów zaczerwień linii analitycznych dla poszczególnych oznaczanych pierwiastków wykreślić krzywe analityczne w układzie  $SI$ ,  $\lg c$ , w którym:

$SI$  — zaczerwienie linii analitycznych poszczególnych pierwiastków w próbkach wzorcowych,

$\lg c$  — logarytm stężenia danego pierwiastka w próbkach wzorcowych, %.

Na podstawie średniej zaczerwień  $SI$  poszczególnych pierwiastków w próbce badanej, odczytać z odpowiednich krzywych pracy stężenie oznaczonych pierwiastków w procentach.

Zawartość żelaza  $X_2$ , baru  $X_3$ , ołowiu  $X_4$ , miedzi  $X_5$ , srebra  $X_6$ , magnezu  $X_7$  i strontu  $X_8$  w badanym węglanie wapniowym obliczyć w procentach ( $X_{2-8}$ ) wg wzoru

$$X_{2-8} = \lg c \quad (3)$$

w którym  $c$  — stężenie poszczególnych pierwiastków odczytane z odpowiednich krzywych analitycznych, %.

**5.3.8.6. Obliczanie zawartości metali ciężkich ( $X_9$ ) jako sumy zawartości ołowiu, miedzi i srebra — wg wzoru**

$$X_9 = X_4 + X_5 + X_6 \quad (4)$$

w którym:

$X_4$  — zawartość ołowiu obliczona w 5.3.8.5.

$X_5$  — zawartość miedzi obliczona w 5.3.8.5.

$X_6$  — zawartość srebra obliczona w 5.3.8.5.

**5.3.9. Oznaczanie zawartości sodu i potasu**

**5.3.9.1. Aparatura** — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

**5.3.9.2. Odczynniki i roztwory**

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

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Na}^+$ , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d).

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Na}^+$ , przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d), rozcieńczony wodą 10+90.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{K}^+$  przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e), rozcieńczony wodą 10+90.

e) Węglan wapnia spektralnie czysty.

**5.3.9.3. Warunki fotometrowania** — wg PN-68/C-04953 oraz z instrukcją obsługi danego fotometru płomieniowego.

**5.3.9.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do zlewki kwarcowej pojemności 100 ml odważyć 5,00 g węglanu wapnia spektralnie czystego, zwilżyć wodą, zadać powoli dając kroplami 5 ml kwasu solnego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Do każdej z sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć 10 ml roztworu A oraz kolejno po 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 ml każdego z rozcieńczonych roztworów wzorcowych sodu i potasu, kolby uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Roztwory rozpylać w płomieniu fotometru płomieniowego, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Z odczytanych wyników sporządzić wykresy krzywych wzorcowych w układzie stężenia sodu lub potasu — wychylenie przyrzędu.

**5.3.9.5. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego węglanu wapnia umieścić w zlewce kwarcowej pojemności 25 ml, zwilżyć wodą, zadawać kroplami 1 ml kwasu solnego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór zapalać w płomieniu fotometru płomieniowego w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywych wzorcowych.

Zawartość sodu ( $X_{10}$ ) oraz potasu ( $X_{11}$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_{10,11} = \frac{C_{1,2} \cdot V_1 \cdot 100}{m_2} \quad (5)$$

w którym:

$C_1, C_2$  — stężenie sodu lub potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru ml,

$m_2$  — odważka badanego węglanu wapnia, g.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu

**5.3.10.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2.

**5.3.10.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz wodorotlenek sodowy, roztwór 27%(m/m).

**5.3.10.3. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego węglanu wapniowego umieścić w kolbie stożkowej ze szlifem pojemności 100 ml, zwilżyć wodą i rozpuścić w około 2,5 ml kwasu solnego.

Próbkę zobojętnić wodorotlenkiem sodowym, rozcieńczyć wodą do objętości 30 ml i dalej postępować wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6.

Zabarwienie papierka bromortęciowego uzyskane z badanego roztworu porównać z zabarwieniem papierka bromortęciowego uzyskanym w tych samych warunkach z roztworu wzorcowego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,003 mg As dla odczynnika cz.d.a. i 0,005 mg As dla odczynnika cz. i cz. bez alkaliów.

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 PN-59/C-80256**

a) wprowadzono gatunek czysty bez alkaliów,

b) wprowadzono oznaczanie procentowej zawartości węglanu wapniowego metodą miareczkową z zastosowaniem EDTA,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości fosforanów metodą kolorymetryczną,

d) wprowadzono oznaczanie zawartości sodu i potasu metodą fotometryczną oraz oznaczanie zawartości żelaza, ołowiu, srebra, miedzi, strontu, baru i magnezu metodą spektrograficzną.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-80256 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1987 r.

**3. Normy i dokumenty związane**

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

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

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

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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-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-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 drewnianych 800×1200 — EUR

PN-84/N-02009 Podstawy działalności normalizacyjnej. Wytyczne opracowywania norm w zakresie pakowania, przechowywania i transportu wyrobu

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

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

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

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo Przewozowe (Dz. U nr 53 poz. 272/84)

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe 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. 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.).

**4. Symbol wg SWW**

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

**5. Autorzy projektu normy** — mgr inż. Helena Czepelak, mgr inż. Stanisława Okoń, inż. Krystyna Braehaczek — PPH Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.