

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-87
	Odczynniki nieorganiczne Zasadowy węglan niklawy		6191-183
			Zamiast PN-55/C-80560
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest zasadowy węglan niklawy stosowany jako odczynnik chemiczny. Zasadowy węglan niklawy ma:

- przybliżony wzór chemiczny $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
- masę cząsteczkową 376,2 dla substancji bezwodnej 304,2.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia zasadowego węglanu niklawego czystego do analizy:

ZASADOWY WĘGLAN NIKLAWY cz.d.a. BN-87/6191-183

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Zasadowy węglan niklawy powinien być proszkiem barwy jasnozielonej, nierozpuszczalnym w wodzie, łatwo rozpuszczalnym we wszystkich kwasach mineralnych.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 5.4.3	
b) Ni^{2+} , $\%(m/m)$, nie mniej niż	47,0	45,0
c) Substancji nierozpuszczalnych w HCl, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,02
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,010
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,010
f) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,004
g) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,006

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
h) Kobaltu (Co^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,10
i) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
j) Cynku (Zn^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	0,010
k) Suma zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu ($\text{Na}^+ + \text{K}^+ + \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,06	0,15

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe

a) Słoje ze szkła brunatnego 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 szerokości 25 lub 50 mm wg BN-73/6419-04. Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

b) Worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06. Masa netto: 35 i 50 kg.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001.

Zasadowy węglan niklawy nie podlega przepisom znakowania odnoszącym się do substancji niebezpiecznych.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoików stanowią skrzynki drewniane zamknięte, wg BN-63/7161-06 lub

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 października 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1988, poz. 2)

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 rozbi-
ciem materiałem amortyzującym, np. folią pneumopak
lub innym podobnym i układać w skrzynkach w jednej
warstwie.

**4.2.3.2. Opakowania transportowe dla worków z folii
polietylenowej** stanowią bębny tekturowe¹⁾, beczki
drewniane wg PN-76/O-79351 odporne na narażenia
mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpo-
wiednio dla grupy 2, klasy 2, odmiany 3.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania
jednostkowego i transportowego, po uprzednim uzgod-
nieniu z odbiorcą i przewoźnikiem oraz jeżeli zabez-
piecza jakość produktu w sposób nie gorszy niż wy-
żej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne
z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy
wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 umieszczając dodat-
kowo:

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1,
2.4.3 i 2.4.10,

b) dopuszczalną liczbę warstw składowania.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych. W przy-
padku stosowania paletyzacji opakowania transportowe
należy formować na paletach 800 × 1200 mm wg
PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpie-
czyć przed przesuwaniem się i deformacją, tak aby
tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ła-
dunkową.

4.3. Przechowywanie. Zasadowy węglan nikławy na-
leży przechowywać w krytych, suchych i dobrze wen-
tylowanych pomieszczeniach magazynowych.

Okres gwarancji wynosi 2 lata od daty produkcji.

Dopuszczalna liczba warstw składowania dla beczek
drewnianych i dla skrzynek wynosi 4, dla palet skrzyń-
kowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych — 1.

4.4. Transport. Zasadowy węglan nikławy nie pod-
lega przepisom RID/ADR. Opakowany wg 4.2 można
przewozić dowolnym krytym środkiem transportu,
zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi²⁾.

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

Wagony lub samochody powinny być zaopatrzone
w znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 oraz mieć
potwierdzenie o dopuszczeniu do eksploatacji.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- sprawdzenie tożsamości (3.2a),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczal-
nych w kwasie solnym (3.2c),

- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2f),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2g),
- oznaczanie zawartości kobaltu (3.2h),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2j),

l) oznaczanie sumy zawartości sodu, potasu, wapnia
i magnezu (3.2k).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego
stanowi najwyżej 500 kg zasadowego węgla nika-
wego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika gatunku
cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047, prób-
ki odczynnika gatunku cz. należy pobierać zgodnie
z PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii
należy wylosować sposobem losowym „na ślepo“ opa-
kowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wy-
losowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2
próbki pierwotne. Najmniejsza wielkość próbki pier-
wotnej powinna wynosić 100 g, natomiast wielkość
średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 160	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie
zaznaczono inaczej należy stosować wyłącznie odczyn-
niki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę
o równoważnej czystości. Ważenie do stałej masy na-
leży interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenie wizu-
alnie postać i barwę próbki zasadowej węgla nika-
wego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2; rozpuszczal-
ność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Sprawdzanie tożsamości

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na reakcji
tworzenia w środowisku zasadowym różowoczerwone-
go osadu dwumetylogliksymianu nikłowego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak, roztwór 10%(m/m).
- Dwumetylogliksym, roztwór alkoholowy
1%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.26.
- Kwas solny, roztwór o ρ (HCl) = 1,12 g/ml.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,1 g próbki
zasadowego węgla nikałowego umieścić w probówce
pojemności 15 ml, dodać 2 ml wody, następnie ostroż-
nie kroplami dodać 0,5 ml kwasu solnego i ogrze-
wać do rozpuszczenia osadu. Następnie zobojętnić
amoniakiem do słabo zasadowego odczynu wobec uni-
wersalnego papierka wskaźnikowego. Powinien wytrą-
cić się różowoczerwony osad dwumetylogliksymianu
nikłowego.

¹⁾ Według ZN-79/ZZG-III-177.

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4.4. Oznaczanie zawartości niklu

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu jonów Ni^{2+} wersenianem dwusodowym.

Nikiel reaguje z wersenianem dwusodowym w stosunku molowym 1:1.

Koniec reakcji oznacza się za pomocą mieszaniny wskaźnikowej mureksydu lub sulfarsazynu.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór 25%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.38.

b) Roztwór buforowy I wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3.

c) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5.

d) Mieszanina wskaźnikowa mureksydu lub roztwór sulfarsazynu wg PN-82/C-04950 p. 2.4.2.

5.4.4.3. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 0,2 g próbki zasadowego węglanu niklawego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml, dodać 2÷3 ml wody i 0,5 ml kwasu solnego, ogrzewać do rozpuszczenia osadu pod szkiełkiem zegarkowym. Szkiełko zmyć wodą.

5.4.4.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę zasadowego węglanu niklawego, przygotowaną wg 5.4.4.3, rozcieńczyć wodą do objętości 100 ml i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04950 p. 2.6.15.

5.4.4.5. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość niklu (X_1) obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,002935 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$ zużyta do miareczkowania, ml,

m_1 — masa odważki próbki zasadowego węglanu niklawego, g,

0,002935 — ilość niklu odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.4.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną i poszczególnymi wynikami oznaczeń nie powinna być większa niż 0,3%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym

5.4.5.1. Zasada oznaczania polega na ogrzewaniu odważki badanego zasadowego węglanu niklawego z roztworem kwasu solnego, odsączeniu, wysuszeniu i zważeniu nie rozpuszczonej pozostałości.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

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

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 25 g badanego zasadowego węglanu niklawego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 400 ml, dodać 75 ml wody. Następnie dodać 125,0 ml kwasu

solnego, przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 1 h na wrzącej łaźni wodnej. Nierozpuszczoną pozostałość odsączyć przez szklany tygiel do sączenia nr 4, przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl^- (próba z azotanem srebra) i wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

5.4.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbkę zasadowego węglanu niklawego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz roztwór wzorcowy zasadowego węglanu niklawego nie zawierającego chlorków. 5 g zasadowego węglanu niklawego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w mieszaninie składającej się z 25,0 ml kwasu azotowego i 40 ml wody, następnie należy roztwór wygotować w celu odpędzenia dwutlenku węgla, dodać 3,5÷4,0 ml roztworu azotanu srebra, rozcieńczyć do kreski i odstawić na 18÷20 h.

Następnie należy roztwór przesączyć i do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 20,0 ml przesącza.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego zasadowego węglanu niklawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml, zwilżyć 20 ml wody i niewielkimi porcjami dodawać 6,0 ml kwasu azotowego do całkowitego rozpuszczenia osadu. Następnie roztwór odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 10÷15 ml wody i wykonać oznaczenie — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

Badany zasadowy węglan niklawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po 15 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego zawierającego 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 20,0 ml roztworu wzorcowego zasadowego węglanu niklawego nie zawierającego chlorków.

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz roztwór wzorcowy zasadowego węglanu niklawego nie zawierający siarczanów. 2,5 g zasadowego węglanu niklawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, zadać 70 ml wody i niewielkimi porcjami dodawać 10,0 ml kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia osadu. Roztwór wygotować w celu odpędzenia dwutlenku węgla. Następnie dodać 15,0 ml chlorku barowego, dopełnić do kreski i zostawić na 12 h. Po upływie tego czasu zdekantować przezroczysty roztwór z nad osadu i do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 20,0 ml przesącza.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego zasadowego węglanu niklawego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie stożkowej po-

jemności 100 ml, zwilżyć 10 ml wody i niewielkimi porcjami dodawać 20,0 ml kwasu solnego 25%(m/m) do całkowitego rozpuszczenia osadu.

Następnie roztwór odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 10÷15 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.3.2.

Badany zasadowy węglan nikławy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym 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 SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg SO_4^{2-}

i 20,0 ml roztworu wzorcowego zasadowego węglanu nikławego nie zawierającego siarczanów.

5.4.8. Oznaczenie zawartości ołowiu

5.4.8.1. Zasada metody. Oznaczenie ołowiu wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony 10+90.

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

5.4.8.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnątkową.

5.4.8.4. Warunki fotometrowania. Oznaczenie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję ołowiu należy mierzyć przy długości fali 217 lub 283,3 nm.

Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.8.5. Przygotowanie próbki do oznaczenia. Odważyć około 4 g badanego zasadowego węglanu nikławego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, zwilżyć 20 ml wody, dodać 15÷18 ml kwasu azotowego, w razie potrzeby lekko podgrzać i wymieszać do rozpuszczenia osadu, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

5.4.8.6. Wzorcowanie. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 4,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję ołowiu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.8.4, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych — odpowiadające im wartości absorbancji.

5.4.8.7. Wykonanie oznaczenia. Zmierzyć absorbancję ołowiu w roztworze przygotowanym wg 5.4.8.5, w warunkach podanych w 5.4.8.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie ołowiu w roztworze.

5.4.8.8. Obliczanie wyników oznaczenia. Zawartość ołowiu (X_2) obliczyć w % mas. 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, g/ml,

V_2 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_2 — masa odważki badanego zasadowego węglanu nikławego, g.

5.4.8.9. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną a poszczególnymi wynikami nie powinna być większa niż 0,0002% dla gatunku cz.d.a. i 0,0004% dla gatunku cz.

5.4.9. Oznaczenie zawartości miedzi

5.4.9.1. Zasada metody. Oznaczenie miedzi wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42 i rozcieńczony 10+90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Cu^{2+} .

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4. Absorbancję miedzi należy mierzyć przy długości fali 324,7 nm.

5.4.9.5. Przygotowanie próbki do oznaczenia. 50,0 ml roztworu A wg 5.4.8.5 przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.

5.4.9.6. Wzorcowanie. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,2, 0,5, 1,0, 3,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego miedzi, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi: $2 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.9.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywą wzorcową wg 5.4.8.6.

5.4.9.7. Wykonanie oznaczenia. Zmierzyć absorbancję miedzi w roztworze przygotowanym wg 5.4.9.5 w warunkach podanych w 5.4.9.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie miedzi w roztworze.

5.4.9.8. Obliczanie wyników oznaczenia. Zawartość miedzi (X_3) obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 50} = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 2 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

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

V_2 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_2 — masa odważki badanego zasadowego węglanu niklawego wg 5.4.8.5, g.

5.4.9.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną a poszczególnymi wynikami nie powinna być większa niż 0,0003% dla gatunku cz.d.a. i 0,0006% dla gatunku cz.

5.4.10. Oznaczanie zawartości kobaltu

5.4.10.1. Zasada metody. Oznaczanie kobaltu wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony 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 Co^{2+} .

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa kobaltowa z katodą wnątkową.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4. Absorbancję kobaltu należy mierzyć przy długości fali 240,7 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. 25,0 ml roztworu A wg 5.4.8.5 przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

5.4.10.6. Wzorcowanie. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0, 2,0, 5,0, 10,0, 20,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego kobaltu, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie kobaltu w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-5}$, $2 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję kobaltu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej wg 5.4.8.6.

5.4.10.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję kobaltu w roztworze przygotowanym wg 5.4.10.5, w warunkach podanych w 5.4.10.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie kobaltu w roztworze.

5.4.10.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość kobaltu (X_4) obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 25} = \frac{a_3 \cdot V_2 \cdot 4 \cdot 100}{m_2} \quad (4)$$

w którym:

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

V_2 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_2 — masa odważki badanego zasadowego węglanu niklawego wg 5.4.8.5, g.

5.4.10.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną a poszczególnymi wynikami

nie powinna być większa niż 0,002% dla gatunku cz.d.a. i 0,01% dla gatunku cz.

5.4.11. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.11.1. Zasada metody. Oznaczanie żelaza wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.11.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony 10+90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Fe^{3+} .

5.4.11.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa żelazowa z katodą wnątkową.

5.4.11.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4. Absorbancję żelaza należy mierzyć przy długości fali 248,3 nm.

5.4.11.5. Przygotowanie próbki do oznaczania — wg 5.4.8.5.

5.4.11.6. Wzorcowanie. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,3, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego żelaza, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: $3 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję żelaza w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.11, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej wg 5.4.8.6.

5.4.11.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję żelaza w roztworze przygotowanym wg 5.4.11.5, w warunkach podanych w 5.4.11.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie żelaza w roztworze.

5.4.11.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_5) obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_4 \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (5)$$

w którym:

a_4 — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_2 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_2 — masa odważki badanego zasadowego węglanu niklawego, g.

5.4.11.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną a poszczególnymi wynikami nie powinna być większa niż 0,0002% dla gatunku cz.d.a. i 0,0005% dla gatunku cz.

5.4.12. Oznaczanie zawartości cynku

5.4.12.1. Zasada metody. Oznaczanie cynku wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23, rozcieńczony 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Zn^{2+} .

5.4.12.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnąkową.

5.4.12.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4. Absorbancję cynku należy mierzyć przy długości fali 213,9 nm.

5.4.12.5. Przygotowanie próbki do oznaczania — wg 5.4.10.5.

5.4.12.6. Wzorcowanie. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0, 5,0, 10,0, 20,0 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego cynku, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję cynku w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.12.4, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej wg 5.4.8.6.

5.4.12.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze przygotowanym wg 5.4.12.5 w warunkach podanych w 5.4.12.4. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie cynku w roztworze.

5.4.12.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość cynku (X_6) obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_5 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 25} = \frac{a_5 \cdot V_2 \cdot 4 \cdot 100}{m_2} \quad (6)$$

w którym:

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

V_2 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_2 — masa odważki badanego zasadowego węglanu niklawego wg 5.4.8.5, g.

5.4.12.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną a poszczególnymi wynikami nie powinna być większa niż 0,0002% dla gatunku cz.d.a. i 0,001% dla gatunku cz.

5.4.13. Oznaczenie sumy zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu

5.4.13.1. Zasada metody. Oznaczenie sodu, potasu, wapnia i magnezu wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.13.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek lantanowy, roztwór 0,4%(m/m), 1,33 g tlenku lantanowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g zwilżyć wodą, dodać 2,0 ml kwasu solnego, dopełnić do objętości 500 ml i wymieszać.

b) Kwas solny spektralnie cz. $\rho(\text{HCl}) = 1,19$ g/ml.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Na^+ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60, rozcieńczony 10+90. 1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Na^+ .

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49, rozcieńczony 10+90. 1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g K^+ .

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70, rozcieńczony 10+90. 1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ca^{2+} .

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a), rozcieńczony 10+90. 1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Mg^{2+} .

5.4.13.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lamy: sodowa, potasowa, wapniowa i magnezowa z katodami wnąkowymi.

5.4.13.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4. Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm, potasu przy długości fali 766,5 nm, wapnia przy długości fali 422,7 nm, a magnezu przy długości fali 285,2 nm.

5.4.13.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć 1 g badanego zasadowego węglanu niklawego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać $1,5 \div 2$ ml kwasu solnego i mieszać do rozpuszczenia osadu. Następnie dodać 20 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać.

5.4.13.6. Wzorcowanie. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno po: 1,0, 3,0, 5,0 i 7,0 ml rozcieńczonych roztworów wzorcowych sodu, potasu, wapnia i magnezu, dodać po 20 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie sodu, potasu, wapnia i magnezu w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$, $7 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję sodu, potasu, wapnia i magnezu w przygotowanej skali wzorców, a z uzyskanych wyników sporządzić wykresy krzywych wzorcowych wg 5.4.8.6.

5.4.13.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję sodu, potasu, wapnia i magnezu w roztworze przygotowanym wg 5.4.13.5 w warunkach podanych w 5.4.13.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie sodu, potasu, wapnia i magnezu w roztworze.

5.4.13.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu (X_7), potasu (X_8), wapnia (X_9) i magnezu (X_{10}) obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_{7,8,9,10} = \frac{a_{6,7,8,9} \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (7)$$

w którym:

$a_{6,7,8,9}$ — stężenie odpowiednio sodu, potasu, wapnia i magnezu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_3 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.13.5, ml,

m_3 — masa odważki badanego zasadowego węglanu niklawego, g.

Sumę X_{11} zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu obliczyć w % mas. wg wzoru

$$X_{11} = X_7 + X_8 + X_9 + X_{10} \quad (8)$$

5.4.13.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną a poszczególnymi wynikami nie powinna być większa niż 0,006% dla gatunku cz.d.a. i 0,015% dla gatunku cz.

5.5. Ocena wyników badań. Partię zasadowego węgla nikielowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki zasadowego

węgla nikielowego, pobranej wg 5.3, odpowiadają wymaganiom wg rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii zasadowego węgla nikielowego producent obowiązany jest wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

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-55/C-80560

a) wprowadzono oznaczanie zawartości niklu metodą kompleksometryczną zamiast oznaczania zawartości niklu metodą wagową.

b) wprowadzono oznaczanie zawartości siarczanów metodą turbidymetryczną zamiast wagową i zastrzono wymagania dotyczące dopuszczalnej zawartości siarczanów dla gatunku cz.d.a. i cz.

c) wprowadzono oznaczanie zawartości miedzi i ołowiu metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania zawartości metali ciężkich grupy siarkowodorowej.

d) wprowadzono oznaczanie zawartości żelaza i kobaltu metodą absorpcji atomowej i zastrzono wymagania dla gatunku cz.d.a. i cz.

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

f) wprowadzono oznaczanie zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania zawartości soli metali nie strącających się siarczkiem amonowym.

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-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 zawartości kationu głównego składnika

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

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-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-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

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 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-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastifikowanego polichlorku 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 zabezpieczeniu 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. Autor projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, Renata Wójtowicz — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.