

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-89
	Odczynniki Siarczan niklawy uwodniony	6191-134
		Zamiast BN-74/6191-134
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan niklawy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny. Siarczan niklawy uwodniony ma:

- a) wzór chemiczny $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową 280,85 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu niklawego uwodnionego oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu niklawego uwodnionego czystego do analizy:

SIARCZAN NIKLAWY UWODNIONY cz.d.a.
BN-89/6191-134

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan niklawy uwodniony powinien być substancją stałą, krystaliczną, barwy zielonej, łatwo rozpuszczalną w wodzie.

3.2. Wymagania szczegółowe - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość niklu (Ni^{2+}), % (m/m)	20,7 ÷ 21,9	20,8 ÷ 22,4
b) Odczyn pH 5% (m/m) roztworu, nie mniej niż	3,5	3,5
c) Substancji nierozpuszczalnych w H_2O , % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,02
d) Chlorków (Cl^-), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,01
e) Azotu ogólnego (N), % (m/m), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
f) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
g) Miedzi (Cu^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,01
h) Ołowiu (Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
i) Cynku (Zn^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,01
j) Kobaltu (Co^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,2
k) Sodiu (Na^+), % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,1
l) Wapnia (Ca^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,05

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Siarczan niklawy uwodniony 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 stanowią słoje ze szkła brunatnego typu POCH wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03.

Nakrętki dodatkowo powinny być zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

Masa netto: 100, 250, 500 i 1000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

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

4.2.3. Opakowania transportowe

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

Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folią pęcherzykową "pneumopak" lub innym podobnym i ustawiać w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe kombinowane stanowią worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, umieszczone w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351 lub w bębnach zwijanych z tektury, wzmocnionych obręczami metalowymi, z dnami i wiekami z tworzywa drzewnego, pojemności 35 i 50 l, wysokości 325 ± 10 mm lub 450 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm. Beczki drewniane i bębny z tektury powinny być odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy B, odmiany b i rodzaju X.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpiecza ono jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.10.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych - wg PN-87/C-80001 p. 4.2.1.

4.3. Przechowywanie. Siarczan niklawy uwodniony należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek i beczek drewnianych 4, dla palet skrzyniowych z drutu 3, dla bębnow z tektury 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Siarczan niklawy uwodniony nie podlega przepisom transportowym RID/ADR.

Opakowany wg 4.2 można przewozić dowolnym krytym środkiem transportu, zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania wynosi: dla skrzynek drewnianych 4, dla beczek drewnianych 3, dla palet skrzyniowych z drutu 2, dla bębnow tekturowych 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2a),
- oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2f), miedzi (3.2g) i ołowiu (3.2h),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2i) i kobaltu (3.2j),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2k) i wapnia (3.2l).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg siarczanu niklawego uwodnionego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, natomiast próbki odczynnika w gatunku cz. - zgodnie z PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii należy wylosować "na ślepo" opakowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne.

Najmniejsza wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić 100 g, natomiast wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

Tablica 2

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, zwaną w dalszej treści normy wodą, a do oznaczeń metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej - wodę redestylowaną.

Ważenie do stałej masy należy interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenie wizualnie postać i barwę próbki siarczanu nikłowego uwodnionego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1. i 2.1.2. Rozpuszczalność określić zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości niklu

5.4.3.1. Zasada metody 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.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy I wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3.
b) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o $c(di-N-EDTA) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5.

c) Mieszanina wskaźnikowa mureksydu wg PN-81/C-06501 p. 2.6.24 lub roztwór sulfarsazynu wg PN-81/C-06501 p. 2.6.29.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około $0,40 \pm 0,45 \text{ g}$ próbki siarczanu nikłowego uwodnionego, z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml , rozpuścić w 100 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04950 p. 2.6.15.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość niklu (X_1) dla gatunku cz.d.a. obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

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

natomiast zawartość niklu (X_2) dla gatunku cz. obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,002935 \cdot 100}{m_1} - X'_8 \quad (2)$$

w których:

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

m_1 - masa odważki próbki siarczanu nikłowego, g ,

X'_8 - zawartość kobaltu oznaczona wg 5.4.9.7, $\%(m/m)$,

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

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

Różnica między wynikami nie powinna przekraczać $0,3\%$.

5.4.4. Oznaczanie odczynu pH $5\%(m/m)$ roztworu należy wykonać wg PN-89/C-04963 p. 2.2.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 60 g próbki siarczanu nikłowego uwodnionego z dokładnością do $0,01 \text{ g}$, rozpuścić w 600 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Próbka siarczanu nikłowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa substancji nierozpuszczalnych w wodzie nie przekracza:

dla gatunku cz.d.a. - 3 mg ,

dla gatunku cz. - 12 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 siarczanu nikłowego uwodnionego nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 5 g siarczanu nikłowego uwodnionego rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego i 5 ml roztworu azotanu srebra, dopełnić wodą do objętości 100 ml , wymieszać i odstawić na $18 \pm 20 \text{ h}$, następnie roztwór przesączyć. Do przygotowania roztworu porównawczego pobrać $20,0 \text{ ml}$ przesączu.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki siarczanu nikłowego uwodnionego z dokładnością do $0,01 \text{ g}$ i rozpuścić w 15 ml wody.

Wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2 dla gatunku cz.d.a. i wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3 - dla gatunku cz.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka siarczanu nikłowego uwodnionego 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. - $0,01 \text{ mg Cl}^-$,

dla odczynnika cz. - $0,1 \text{ mg Cl}^-$

i $20,0 \text{ ml}$ roztworu wzorcowego siarczanu nikłowego nie zawierającego chlorków, przygotowanego wg 5.4.6.1.

5.4.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego. Odważyć 2 g próbki siarczanu nikłowego uwodnionego z dokładnością do $0,01 \text{ g}$, przenieść do kolby aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04527 p. 2.4. Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia.

Próbka siarczanu nikłowego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zabarwieniu w roztworze porównawczym zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. $0,02 \text{ mg N}$.

5.4.8. Oznaczanie zawartości żelaza, miedzi i ołowiu

5.4.8.1. Zasada metody. Żelazo, miedź i ołów oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki siarczanu niklawego metodą krzywej wzorcowej.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Cu^{2+} .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Pb^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe^{3+} .

d) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Cu^{2+} , Pb^{2+} i Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć mikropipetą po 1,0 ml roztworów wg 5.4.8.2a), c) i 10,0 ml roztworu wg 5.4.8.2b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Cu^{2+} i Fe^{3+} oraz $1 \cdot 10^{-4}$ g jonów Pb^{2+} .

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych miedzi, ołowiu i żelaza przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34, 2.2.1.46b) i 2.2.1.75.

5.4.8.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: żelazowa, miedziowa i ołowiowa z katodami wnękowymi.

5.4.8.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję żelaza należy mierzyć przy długości fali 248,3 nm, miedzi - 324,7 nm, ołowiu - 217 lub 283,3 nm.

5.4.8.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 10 g próbki siarczanu niklawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, a następnie dopełnić zawartość kolby wodą do kreski i wymieszać (roztwór A).

5.4.8.6. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0, 1,0, 2,5, 5,0 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego wg 5.4.8.2d), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie miedzi i żelaza w poszczególnych kolbach wynosi: $0,1 \cdot 10^{-7}$, $2,5 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml, natomiast ołowiu: $0,1 \cdot 10^{-6}$, $2,5 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$ i $1 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi, ołowiu i żelaza w przygotowanych roztworach serii wzorców, w warunkach podanych w 5.4.8.4, a z uzyskanych

wyników sporządzić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych - odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.8.7. Wykonanie oznaczania. Pobrać 25,0 ml dla gatunku cz.d.a. lub 5,0 ml dla gatunku cz. roztworu A (5.4.8.5) do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B). Następnie zmierzyć absorbancję miedzi i żelaza w roztworze B, natomiast ołowiu - w roztworze A, w warunkach podanych w 5.4.8.4.

Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie miedzi, ołowiu i żelaza w roztworze.

5.4.8.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_3) i miedzi (X_4) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_{3,4} = \frac{a_{1,2} \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2 \cdot V_5} \quad (3)$$

natomiast zawartość ołowiu (X_5) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_3 \cdot V_3 \cdot 100}{m_2} \quad (4)$$

w których:

$a_{1,2,3}$ - stężenie odpowiednio miedzi, żelaza i ołowiu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_3 - objętość roztworu A (5.4.8.5), ml,

V_4 - objętość roztworu B (5.4.8.7), ml,

V_5 - objętość roztworu A pobrana do przygotowania roztworu B, ml,

m_2 - masa odważki próbki siarczanu niklawego uwodnionego, g.

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

5.4.9. Oznaczanie zawartości cynku i kobaltu

5.4.9.1. Zasada metody. Oznaczanie cynku i kobaltu wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej, bezpośrednio z roztworu siarczanu niklawego.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy cynku (Zn^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego cynku zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy kobaltu (Co^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego kobaltu $1 \cdot 10^{-3}$ g Co^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Zn^{2+} i Co^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych wg poz. a) i b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g poszczególnych jonów.

Dopuszcza się stosowanie podstawowych roztworów wzorcowych cynku i kobaltu, przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23 i 2.2.1.35.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: cynkowa i kobaltowa z katodami wewnętrznymi.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania - wg 5.4.8.4. Absorbancję cynku należy mierzyć przy długości fali 213,9 nm, a kobaltu - 240,7 nm.

5.4.9.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 2,0; 5,0; 10,0 i 20,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.9.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać, stężenia jonów Co^{2+} i Zn^{2+} w przygotowanych roztworach wzorcowych wynoszą: 0; $2 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ i $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję cynku i kobaltu w tak przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia, a na osi rzędnych - odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.9.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze B (5.4.8.7), natomiast kobaltu w roztworze B dla gatunku cz.d.a., a dla gatunku cz. - w roztworze C przygotowanym przez rozcieńczenie (1 + 9) roztworu B, w warunkach podanych w 5.4.9.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie cynku i kobaltu w roztworze.

5.4.9.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość cynku (X_6) dla obydwu gatunków siarczanu niklawego i kobaltu (X_7) dla gatunku cz.d.a. obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_{6,7} = \frac{a_{4,5} \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2 \cdot V_5} \quad (5)$$

natomiast zawartość kobaltu (X_8) dla gatunku cz. obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_8 = \frac{a_5 \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 10}{m_2 \cdot V_5} \quad (6)$$

w których $a_{4,5}$ - stężenia odpowiednio cynku i kobaltu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml.

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

5.4.10. Oznaczanie zawartości sodu i wapnia

5.4.10.1. Zasada metody. Sód i wapń oznaczają się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki siarczanu niklawego.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}) do absorpcji atomowej¹⁾. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ca^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Na^+ i Ca^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych wg poz. a) i b), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Na^+ i Ca^{2+} .

Dopuszcza się stosowanie wzorcowych roztworów podstawowych przygotowanych wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60 i 2.2.1.70.

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: sodowa i wapniowa z katodami wewnętrznymi.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania - wg 5.4.8.4. Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm, a wapnia - 422,7 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0; 2,0; 5,0 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.10.2c), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenia poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorców wynoszą: $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $5 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję sodu i wapnia w przygotowanych roztworach serii wzorców w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.8.6.

5.4.10.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję sodu dla obydwu gatunków i wapnia dla gatunku cz. w roztworze C przygotowanym wg 5.4.9.6, a wapnia dla gatunku cz.d.a. w roztworze B przygotowanym wg 5.4.8.7, w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenia sodu i wapnia w roztworze.

5.4.10.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu (X_9) dla obydwu gatunków i wapnia (X_{10}) dla gatunku cz. obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_{9,10} = \frac{a_{6,7} \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 10^3}{m_2 \cdot V_5} \quad (7)$$

natomiast zawartość wapnia (X_{11}) dla gatunku cz.d.a. obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_{11} = \frac{a_7 \cdot V_3 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2 \cdot V_5} \quad (8)$$

w których $a_{6,7}$ - stężenie odpowiednio sodu i wapnia odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml.

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 6.

5.5. Ocena wyników badań. Partię siarczanu niklawego uwodnionego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki siarczanu niklawego uwodnionego, pobranej wg 5.3, odpowiadają wymaganiom podanym w 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. Na życzenie odbiorcy do każdej partii siarczanu niklawego uwodnionego producent jest obowiązany 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 - Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe - Odczynniki Chemiczne, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6191-134

- a) zrezygnowano z gatunku ch.cz.,
- b) podniesiono poziom wymagań dla chlorków, kobaltu i cynku,
- c) zmieniono metodę oznaczania żelaza i kobaltu,
- d) wprowadzono oznaczanie ołowiu i miedzi metodą absorpcji atomowej zamiast metali ciężkich grupy siarkowodorowej,
- e) wprowadzono oznaczanie sodu i wapnia metodą absorpcji atomowej zamiast metali alkalicznych i ziem alkalicznych (jako siarczany).

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-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-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika
- PN-89/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych
- PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalne czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalne czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- 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-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastyfikowanego 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 Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu 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 nr 35 poz. 250 z 1968 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.

4. Symbol wg SWW

dla gatunków cz.d.a. - 1331-11,
dla gatunków cz. - 1331-42.

5. Autor projektu normy - mgr Krystyna Piotrowska-Zub - Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe - Odczynniki Chemiczne, Lublin.

6. Informacja dotycząca legalnych roztworów wzorcowych do absorpcji atomowej. Legalne roztwory wzorcowe do absorpcji atomowej o stężeniach 1 mg pierwiastka w 1 ml są produkowane przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Wzorców Materiałów WZORMAT, ul. Elektoralna 2, 00-139 Warszawa.