

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki	6191-20
	Chlorek niklawy uwodniony	Zamiast BN-64/6191-20
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek niklawy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny. Chlorek niklawy uwodniony ma:

- a) wzór chemiczny $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową 237,70 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki chlorku niklawego uwodnionego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku niklawego uwodnionego do analizy:

CHLOREK NIKLAWY UWODNIONY cz.d.a.

BN-88/6191-20

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek niklawy uwodniony powinien być krystalicznym proszkiem barwy zielonej, wietrzejącym w suchym powietrzu i szybko rozpuszczającym się w wilgotnym powietrzu, łatwo rozpuszczalnym w wodzie i alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a	cz.
a) Zawartość chlorku niklawego ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), % (m/m), nie mniej niż	98,0	96,0
b) Odczyn pH 5% (m/m), roztworu, nie mniej niż	3,5	nie normalizuje się
c) Siarczanów (SO_4^{2-}), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,03

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a	cz.
d) Substancji nierozpuszczalnych w H_2O , % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
e) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
f) Miedzi (Cu^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
g) Ołowiu (Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,005
h) Kobaltu (Co^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,02
i) Cynku (Zn^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,01
j) Sodiu (Na^+), % (m/m), nie więcej niż	0,01	nie normalizuje się
k) Wapnia (Ca^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

4.2. Pakowanie4.2.1. Opakowania jednostkowe

a) Słoje ze szkła brązowego typu POCh wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego wg PN-73/6419-02, wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

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

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 sierpnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1989, poz. 6)

b) Worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06.

Masa netto: 35 i 50 kg.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań 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, umieszczając dodatkowo:

a) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR,

b) napis "Szkodliwy" pod nazwą odczynnika w języku angielskim. (Chlorek nikławy uwodniony nie jest zaliczany do Wykazu A i B M.Z. i O.S.)¹⁾.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoików stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym, np. folia pęcherzykowa "pneumopak" lub innym podobnym i ustawiać w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe dla worków z folii polietylenowej stanowią bębny zwijane z tektury, wzmocnione 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 lub beczki drewniane wg PN-76/O-79351.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań, ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

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

b) nalepkę ostrzegawczą wzór nr 6.1 A - "Materiały szkodliwe dla zdrowia" wg RID/ADR.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania transportowe 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 zwartą i stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Chlorek nikławy uwodniony należy przechowywać w krytych 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 skrzynkowych z drutu - 3, dla bębnow tekturowych - 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Chlorek nikławy jest uwodniony materiałem niebezpiecznym: klasa 6.1, punkt 68c, liczba marginesowa 601 RID i klasa 6.1, punkt 68c, liczba marginesowa 2601 ADR.

Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami, zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

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

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg chlorku nikłowego uwodnionego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę 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	Liczba próbek jednostkowych
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.

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

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki chlorku nikłowego uwodnionego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2, rozpuszczalność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości chlorku nikłowego uwodnionego

5.4.3.1. Zasada metody. Oznaczanie chlorku nikłowego polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu jonów Ni^{2+} wersenianem dwusodowym. Nikiel reaguje z wersenianem dwusodowym w stosunku molarnym 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 $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, 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 0,30 ± 0,35 g próbki chlorku nikłowego uwodnionego z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozpuścić w 100 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04950 p. 2.6.15.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość chlorku nikłowego uwodnionego (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,011886 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

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

m_1 - masa odważki próbki chlorku nikłowego uwodnionego, g,

0,011886 - ilość chlorku nikłowego uwodnionego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g/ml,

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyni-

ków dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna być większa niż 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie odczynu pH/5%(m/m) roztworu należy wykonać wg PN-77/C-04963 p. 2.2.

5.4.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz roztwór wzorcowy chlorku nikłowego nie zawierający siarczanów. 5 g chlorku nikłowego uwodnionego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 250 ml rozpuścić w 70 ml wody, ogrzać do wrzenia, dodać 15 ml roztworu chlorku barowego, dopełnić do objętości 100 ml, wymieszać i pozostawić na 12 h. Po upływie tego czasu, zdekantować przezroczysty roztwór znad osadu. Do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 20,0 ml tego roztworu.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki chlorku nikłowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 15 ml wody.

Wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.3.2 dla gatunku cz.d.a. i wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2 dla gatunku cz.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę chlorku nikłowego uwodnionego 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. - 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,30 mg SO_4^{2-} ,

i 20,0 ml roztworu wzorcowego chlorku nikłowego nie zawierającego siarczanów.

5.4.6. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 60 g próbki chlorku nikłowego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 600 ml wody z dodatkiem 1 ml kwasu solnego ($\rho \text{ HCl} = 1,19 \text{ g/ml}$) i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517. Próbkę chlorku nikłowego uwodnionego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

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

dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.4.7. Oznaczanie zawartości żelaza, miedzi i ołowiu

5.4.7.1. Zasada metody. Żelazo, miedź i ołów oznacza się za pomocą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki chlorku nikłowego metodą dodatków wzorca.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie cz., roztwór (1+1).

b) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34. 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g } Cu^{2+}$.

c) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b). 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Pb^{2+} .

d) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75. 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Fe^{3+} .

e) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Fe^{3+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych (5.4.7.2b), c), d), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g poszczególnych jonów.

5.4.7.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem,

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

5.4.7.4. 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.

5.4.7.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 10 g próbki chlorku niklawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w 70 ÷ 80 ml wody. Następnie dodać 2 ml roztworu kwasu azotowego (5.4.7.2a). Zawartość kolby dopełnić do kreski i wymieszać (Roztwór A).

5.4.7.6. Wykonanie oznaczania. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć po 25,0 ml roztworu A (5.4.7.5) oraz kolejno 0, 2,5, 5,0 i 10,0 ml roboczego roztworu wzorcowego (5.4.7.2e). Zawartość kolb dopełnić do kreski i wymieszać. Stężenia dodatków Fe^{3+} , Pb^{2+} i Cu^{2+} w otrzymanych roztworach wynoszą 0, $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ i $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję żelaza, miedzi i ołowiu w przygotowanych roztworach w warunkach podanych w 5.4.7.4.

5.4.7.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_2), miedzi (X_3), ołowiu (X_4) obliczyć w % (m/m) wg wzorów:

$$X'_{2,3,4} = \frac{A_{2,3,4}^{\circ} \cdot a'_{2,3,4} \cdot V_2 \cdot 50}{(A'_{2,3,4} - A_{2,3,4}^{\circ}) \cdot m_2 \cdot 25} \cdot 100 \quad (2')$$

$$X''_{2,3,4} = \frac{A_{2,3,4}^{\circ} \cdot a''_{2,3,4} \cdot V_2 \cdot 50}{(A''_{2,3,4} - A_{2,3,4}^{\circ}) \cdot m_2 \cdot 25} \cdot 100 \quad (2'')$$

$$X'''_{2,3,4} = \frac{A_{2,3,4}^{\circ} \cdot a'''_{2,3,4} \cdot V_2 \cdot 50}{(A'''_{2,3,4} - A_{2,3,4}^{\circ}) \cdot m_2 \cdot 25} \cdot 100 \quad (2''')$$

w którym:

$A_{2,3,4}^{\circ}$ - absorbancja odpowiednio żelaza, miedzi i ołowiu w roztworze próbki bez dodatków wzorca,

$a'_{2,3,4}$, $a''_{2,3,4}$, $a'''_{2,3,4}$ - stężenie dodatków wzorca, g/ml,

m_2 - masa odważki próbki chlorku niklawego uwodnionego, g,

$A'_{2,3,4}$, $A''_{2,3,4}$, $A'''_{2,3,4}$ - absorbancja odpowiednio żelaza, miedzi i ołowiu w roztworach z dodatkami wzorca,

V_2 - objętość roztworu A wg 5.4.7.5, ml

5.4.7.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wartości $X'_{2,3,4}$, $X''_{2,3,4}$, $X'''_{2,3,4}$.

5.4.8. Oznaczanie zawartości kobaltu i cynku

5.4.8.1. Zasada metody. Oznaczanie kobaltu i cynku wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio w roztworze chlorku niklawego.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy cynku (Zn^{2+}), przygotowany wg PN-81/06503 p. 2.2.1.23, 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego cynku zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} .

b) Roztwór wzorcowy podstawowy kobaltu (Co^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.35. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego kobaltu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Co^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Co^{2+} i Zn^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych 5.4.8.2a), b), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g poszczególnych jonów.

5.4.8.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem,

b) Lampy: cynkowa i kobaltowa z katodami wnękowymi.

5.4.8.4. Warunki fotometrowania - wg 5.4.7.4. Absorbancję kobaltu należy mierzyć przy długości fali 240,7 nm, a cynku - 213,9 nm.

5.4.8.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 2 g próbki chlorku niklawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w 50 ÷ 60 ml wody, dopełnić do kreski i wymieszać. (Roztwór B). W przypadku oznaczania kobaltu w gatunku cz., roztwór B należy rozcieńczyć 10 ÷ 90 (Roztwór C).

5.4.8.6. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 2,0; 5,0; 10,0 i 20,0 ml roztworu roboczego (5.4.8.2c), dopełnić do kreski i wymieszać.

Stężenia jonów Co^{2+} i Zn^{2+} w przygotowanych roztworach (skali wzorców) wynoszą: $0,2 \cdot 10^{-6}$, $0,5 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

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

5.4.8.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze B (5.4.8.5), natomiast kobaltu w roztworze B dla gatunku cz.d.a., a w roztworze C (5.4.8.5) dla gatunku cz. w warunkach podanych w p. 5.4.8.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenie cynku i kobaltu w roztworze.

5.4.8.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość cynku (X_5) dla obydwu gatunków chlorku niklawego i kobaltu (X_6) (dla gatunku cz.d.a.) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{5,6} = \frac{a_{5,6} \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

natomiast zawartość kobaltu (X'_6) (dla gatunku cz.) wg wzoru

$$X'_6 = \frac{a_6 \cdot V_3 \cdot 100 \cdot 100}{m_3 \cdot 10} = \frac{X \cdot a_6 \cdot V_3 \cdot 10^3}{m_3} \quad (3')$$

w których:

$a_{5,6}$ - stężenia odpowiednio cynku i kobaltu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_3 - objętość roztworu B przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_3 - masa odważki próbki chlorku 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 sodu i wapnia

5.4.9.1. Zasada metody. Sód i wapń oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki chlorku niklawego uwodnionego.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek lantanowy, spektralnie cz., roztwór 0,4% (m/m). 1,33 g tlenku lantanowego odważonego z dokładnością do 0,01 g zwilżyć wodą, dodać 2 ml kwasu solnego (5.4.9.2b), dopełnić do objętości 500 ml i wymieszać.

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

c) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60. 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Na.

d) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70. 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego wapnia zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ca^{2+} .

e) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Ca^{2+} i Na^+ . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wzorcowych (5.4.9.2c, d), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g poszczególnych jonów.

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: sodowa i wapniowa z katodami węgłowymi.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania - wg 5.4.7.4. Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm, a wapnia - 422,7 nm.

5.4.9.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 1 g próbki chlorku niklawego uwodnionego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, dodać 1 ml kwasu solnego, wymieszać i dodać 10 ml roztworu chlorku lantanowego. Dopełnić do kreski i wymieszać.

5.4.9.6. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0, 2,0, 5,0 i 10,0 ml wzorcowego roztworu roboczego (5.4.9.2e), rozcieńczyć 40 ÷ 50 ml wody, dodać po 1 ml kwasu solnego i po 10 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić do kreski i wymieszać.

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

Zmierzyć absorbancję sodu i wapnia w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.9.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.8.6.

5.4.9.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję sodu i wapnia w roztworze przygotowanym wg 5.4.9.5 w warunkach podanych w 5.4.9.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenia sodu i wapnia w roztworze.

5.4.9.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu (X_7) i wapnia (X_8) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{7,8} = \frac{a_{7,8} \cdot V_4 \cdot 100}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

$a_{7,8}$ - stężenie odpowiednio sodu i wapnia odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_4 - objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.9.5 ml,

m_4 - masa odważki próbki chlorku niklawego uwodnionego, g.

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

5.5. Ocena wyników badań. Partię chlorku niklawego uwodnionego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki chlorku 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 chlorku niklawego 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 - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-20

a) wprowadzono metodę kompleksometrycznego oznaczania zawartości głównego składnika zamiast metody wagowej,

b) zrezygnowano z oznaczania azotu ogólnego,

c) wprowadzono oznaczania żelaza, miedzi, ołowiu, cynku i kobaltu metodą absorpcji atomowej zamiast metodami kolorymetrycznymi,

d) wprowadzono oznaczanie sodu i wapnia metodą absorpcji atomowej zamiast oznaczania metali alkalicznych i ziem alkalicznych jako siarczanu,

e) zrezygnowano z oznaczania sodu i wapnia dla gatunku cz.

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-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-77/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 kolorimetrii i nefelometrii

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne 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-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 zgrzewane

BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

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.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej Komunikacji Kolejowej. Załącznik nr 4 do umowy o międzynarodowej Komunikacji Towarowej (SMGS (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami ujętymi w nowym wydaniu przepisów z dnia 1 kwietnia 1978 r.

Konwencja międzynarodowa o przewozie kolejami (COTIF). Załącznik B do przepisów ujednoliconych do umowy o międzynarodowym przewozie towarów kolejami (CIM). Aneks I Regulaminu dla międzynarodowego przewozu

- kolejami towarów niebezpiecznych (RID) z dnia 1 maja 1985 r. (Dz.TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszą zmianą (Dz.TiZK nr 5, poz. 49 z 1986 r.)
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP 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
- Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. nr 67, poz. 301 z 1983 r.), wraz ze zmianą (Dz.U. nr 42, poz. 206 z 1986 r.)
- Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie oznaczania substancji trujących (Dz.U. nr 2, poz. 8 z 1964 r.) wraz z późniejszym uzupełnieniem (Dz.U. nr 7, poz. 45 z 1964 r.)
- Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz.U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.) wraz z późniejszymi uzupełnieniami
- Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. o substancjach trujących (Dz.U. nr 22, poz. 116 z 1963 r.)
- Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz.U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.).
4. Symbol wg SWW
- dla gatunków cz.d.a. - 1331-11,
dla gatunków cz. - 1331-42.
5. Autor projektu normy - mgr Krystyna Piotrowska-Zub, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.