

|                                                 |                                                                                   |                       |
|-------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| ŚRODKI<br>POMOCNICZE<br>DO POWLEKANIA<br>METALI | NORMA BRANŻOWA                                                                    | BN-66<br>6068-03      |
|                                                 | Sole do celów galwanotechnicznych<br><b>Węglan potasowy<br/>galwanotechniczny</b> |                       |
|                                                 |                                                                                   | Grupa katalogowa 1014 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węglan potasowy stosowany do celów galwanotechnicznych.

- a) Wzór ogólny:  $K_2CO_3$   
b) Ciężar cząsteczkowy: 138,20

1.2. Zakres stosowania. Wytyczne niniejszej normy należy stosować przy produkcji, obrocie i użytkowaniu importowanej soli do sporządzania elektrolitu.

1.3. Oznaczenie węglanu potasowego do celów galwanotechnicznych:

WĘGLAN POTASOWY GALWANOTECHNICZNY BN-66/6068-03

1.4. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek  
PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu  
PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich.  
PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych  
PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych  
PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezszatałnych  
PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Węglan potasowy powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku barwy białej bez widocznych zanieczyszczeń.

2.2. Wymagania szczegółowe

| Wymagania                                                         |        |
|-------------------------------------------------------------------|--------|
| a) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej  | 0,02   |
| b) Straty po prażeniu, %, najwyżej                                | 1,5    |
| c) Alkaliczność całkowita w przeliczeniu na $K_2CO_3$ , %         | 98±100 |
| d) Zawartość chlorków w przeliczeniu na KCl, %, najwyżej          | 0,01   |
| e) Zawartość siarczanów w przeliczeniu na $K_2SO_4$ , %, najwyżej | 0,01   |
| f) Zawartość arsenu (As), %, najwyżej                             | 0,001  |
| g) Zawartość żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, najwyżej                    | 0,001  |
| h) Zawartość metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ ), %, najwyżej           | 0,001  |
| i) Zawartość substancji strącalnych amoniakiem, %, najwyżej       | 0,03   |

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

3.1. Opakowanie i znakowanie. Węglan potasowy należy opakować w sposób zapewniający szczelność opakowania oraz zachowanie wymaganej czystości produktu. Opakowanie transportowe powinno dodatkowo zapewniać trwałość w czasie transportu.

Opakowanie powinno być zaopatrzone w trwałą etykietę zawierającą następujące dane:

- a) nazwę (znak) zakładu produkującego (i ewentualnie przepakowującego),  
b) oznaczenie zgodne z 1.3.  
c) numer partii,  
d) masę brutto i netto.

Węglan potasowy należy pakować w papierowe worki sześciowarstwowe po 50 kg masy netto. Worki powinny być transportowane w szczelnie zamykanych beczkach drewnianych.

W przypadku transportu wymagającego kilkakrotnego przeładowywania - w beczkach drewnianych zawierających produkt w sześciowarstwowych workach, w tym dwie wkładki bitumiczne.

Centrala Jubilerska „Jubiler”

Ustanowiona przez Dyrektora Centrali Jubilerskiej „Jubiler” dnia 2 grudnia 1966 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 28 marca 1967 r.  
(Mon. Pol. nr 17/1967 poz. 89)

Beczki powinny być zamknięte dopasowanymi denkami, a po założeniu obręczy - umocnione na obwodzie drewnianymi listewkami przybitymi do ścian beczki. Tak opakowany węglan potasowy należy przewozić krytymi środkami transportowymi.

Węglan potasowy można pakować także do słoików ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego. Nakrętki powinny być uszczelnione od strony wewnętrznej podkładką z tworzywa sztucznego lub korka, połączone ze słojem i opieczetowane pieczęcią lakową.

Słoiki opakowania wysyłkowego powinny być owinięte tekturą falistą i przy użyciu wełny drzewnej pakowane do skrzyń drewnianych w pozycji stojącej.

**3.2. Przechowywanie.** Węglan potasowy należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach w suchym magazynie.

#### 4. BADANIA TECHNICZNE

**4.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.** Próbkę z opakowań należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Próbki z opakowań przemysłowych należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500.

Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy w zależności od liczności partii, następującą liczbę opakowań jednostkowych:

| Liczność opakowań w partii | Liczba opakowań, jaką należy wziąć do pobrania próbek |
|----------------------------|-------------------------------------------------------|
| do 15                      | 6                                                     |
| 16÷25                      | 9                                                     |
| 26÷63                      | 12                                                    |
| 64÷160                     | 14                                                    |
| 161÷250                    | 15                                                    |
| powyżej 250                | 16                                                    |
|                            | jednak nie mniej niż 5%                               |

Próbki należy pobrać zgłębnikiem 5 wg PN-74/C-60008, wprowadzając go co najmniej do  $\frac{3}{4}$  głębokości opakowania.

Średnią próbkę laboratoryjną o co najmniej 600 g należy przygotować wg PN-67/C-04500.

#### 4.2. Rodzaje i wykonanie badań

**4.2.1. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 20,0 g. badanego węglanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g rozpuścić w 150 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy 4 mg.

**4.2.2. Straty po prażeniu.** Około 2 g badanego węglanu potasowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g w tyglu platynowym ogrzewać stopniowo na łożni piaskowej do temperatury 270 ÷ 300°C i prażyć w tej temperaturze do stałej masy.

Straty po prażeniu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

w którym:

$G_1$  - straty masy węglanu potasowego po wyprażeniu, g,

$G$  - odważka badanego węglanu potasowego, g.

#### 4.2.3. Oznaczanie całkowitej alkaliczności w przeliczeniu na $K_2CO_3$

##### 4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1N.

b) Oranż metylowy, 0,1-procentowy roztwór wodny.

**4.2.3.2. Wykonanie oznaczania.** Pozostałość po wyprażeniu, otrzymaną wg 4.2.1, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody, dodać 0,1 cm<sup>3</sup> oranżu metylowego i miareczkować 1N roztworem kwasu solnego do pierwszej zmiany barwy. Następnie roztwór ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 2 ÷ 3 min w celu odpędzenia dwutlenku węgla. Po ochłodzeniu, w przypadku ponownego występowania żółtego zabarwienia, roztwór domiareczkować 1N roztworem kwasu solnego do poprzedniego zabarwienia.

Całkowitą alkaliczność w przeliczeniu na węglan potasowy ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot N \cdot 0,0691 \cdot 100}{G}$$

w którym:

$V_1$  - objętość 1,000N kwasu solnego zużytego do miareczkowania,

$N$  - normalność kwasu solnego,

0,0691 - ilość węglanu potasowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 1N kwasu solnego, g,

$G$  - odważka badanego węglanu potasowego po wyprażeniu, g.

#### 4.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków w przeliczeniu na KCl

##### 4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Nadtlenek sodowy cz.d.a.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 2N.

c) Oranż metylowy, 0,1-procentowy roztwór wodny.

d) Kwaśny węglan sodowy cz.d.a.

e) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Azotan srebra cz.d.a., 0,1N roztwór.

**4.2.4.2. Wykonanie oznaczania.** Około 5 g badanego węglanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g przenieść do kolby stożkowej o pojemności 300 cm<sup>3</sup>, dodać 2 g nadtlenu sodowego i ogrzewać roztwór w ciągu 10 min.

Po ochłodzeniu roztwór zobojętnić kwasem siarkowym w obecności oranżu metylowego, dodać 2 g kwaśnego węglanu sodowego, 2 cm<sup>3</sup> chromianu potasowego i miareczkować 0,1N roztworem azotanu srebra do zmiany barwy.

Zawartość chlorków w przeliczeniu na chlorek sodowy ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_1 \cdot N \cdot 0,00745 \cdot 100}{G}$$

w którym:

$V_1$  - objętość 0,1 roztworu azotanu srebra,  $\text{cm}^3$ ,

$N$  - normalność roztworu azotanu srebra,

$G$  - odważka badanego węglanu potasowego, g,  
0,00745 - ilość chlorku potasowego odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  0,1N roztworu azotanu srebra, g.

#### 4.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów w przeliczeniu na $\text{K}_2\text{SO}_4$

##### 4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Oranż metylowy, 0,1-procentowy roztwór wodny.
- Nadtlenek sodowy cz.d.a.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego węglanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g przenieść do zlewki o pojemności  $400 \text{ cm}^3$ , rozcieńczyć  $150 \text{ cm}^3$  wody destylowanej, a po dodaniu 2 g nadtlenku sodowego ogrzać roztwór do wrzenia.

Po zobojętnieniu roztworu kwasem solnym wobec oranżu metylowego i zakwaszeniu niewielkim nadmiarem (około  $0,5 \text{ cm}^3$ ) dodajemy powoli utrzymując roztwór w ciągłym wrzeniu  $10 \div 20 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku barowego. Roztwór z wytrąconym osadem pozostawić na łaźni wodnej na 2 h.

Zawartość zlewki sączyć po 6 h przez gęsty sączek ilościowy. Osad przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon  $\text{Cl}$ , następnie wysuszyć i wyprażyć do stałej masy.

Zawartość siarczanów w przeliczeniu na siarczan potasowy ( $X_4$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_4 = \frac{G_1 \cdot 0,7465 \cdot 100}{G_2}$$

w którym:

- $G_1$  - masa wyprażonego siarczanu barowego,  
0,7465 - mnożnik do przeliczenia siarczanu barowego na  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  
 $G_2$  - odważka badanego węglanu potasowego, g.

4.2.6. Oznaczanie zawartości arsenu. 4 g badanego węglanu potasowego, odważonego z dokładnością do 0,1 g rozpuścić w  $20 \text{ cm}^3$  wody destylowanej i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04511.

Do roztworu porównawczego należy dodać 0,04 mg As.

#### 4.2.7. Oznaczanie zawartości żelaza $\text{Fe}^{3+}$

##### 4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Fe}^{3+}$  przygotowany wg PN-81/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:100.  $1 \text{ cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 3 g badanego węglanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w  $15 \text{ cm}^3$  wody i roztwór zobojętnić kwa-

sem solnym wobec papierka lakmusowego, następnie dodać jeszcze  $1 \text{ cm}^3$  tego kwasu.

Otrzymany roztwór przenieść do cylindra Nesslera rozcieńczyć wodą do  $25 \text{ cm}^3$ , dodać  $3 \text{ cm}^3$  roztworu rodanku amonowego i wymieszać.

Badany węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie silniejsze niż zabarwienie w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie, a zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,03 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

#### 4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )

##### 4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Papierek lakmusowy.
- Woda siarkowodorowa, świeżo przygotowana.
- Roztwór wzorcowy, zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:100.  $1 \text{ cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb.

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego węglanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g przenieść do cylindra Nesslera i rozpuścić w  $25 \text{ cm}^3$  wody. Otrzymany roztwór zobojętnić kwasem solnym wobec papierka lakmusowego, a następnie dodać kilka kropli amoniaku do uzyskania słabo alkalicznego odczynu i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515.

Badany węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie, a zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$ .

#### 4.2.9. Oznaczanie zawartości substancji strącalnych amoniakiem

##### 4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Czerwień metylowa 0,2-procentowy roztwór alkoholowy.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Chlorek amonowy cz.d.a.
- Azotan amonowy cz.d.a., 25-procentowy roztwór zobojętniony roztworem amoniaku wobec czerwieni metylowej.
- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 100 g badanego węglanu potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g zadać w zlewce o pojemności  $400 \text{ cm}^3$   $150 \text{ cm}^3$  wody. Otrzymany roztwór zobojętnić kwasem solnym wobec czerwieni metylowej i w razie potrzeby przesączyć. Do przesączu dodać  $0,5 \text{ cm}^3$  kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia, dodać 0,5 g chlorku amonowego i amoniaku do odczynu alkalicznego. Następnie zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 10 min na wrzącej łaźni wodnej (roztwór powinien mieć odczyn alkaliczny). Wydzielony osad odsączyć i przemyć gorącym roztworem azotanu

amonowego do zaniku reakcji na jony Cl. Sączek z osadem po wysuszeniu spalić i wyprażyć do stałej masy.

Badany węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy 30 mg.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Wydanie 3 - stan aktualny: kwiecień 1984; uaktualniono normy związane.