

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Odczynniki	6191-17
	Kwas fluorowodorowy 40%	Zamiast BN-69/6191-17
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas fluorowodorowy, 40% roztwór wodny fluorowodoru stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas fluorowodorowy ma:

- a) wzór chemiczny — HF,
- b) masę molową — 20,01 g/mol.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu fluorowodorowego oznaczone:

ch.cz. — chemicznie czysty,
cz.d.a. — czysty do analizy,
cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu fluorowodorowego czystego do analizy:

KWAS FLUOROWODOROWY cz.d.a. BN-86/6191-17

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas fluorowodorowy powinien mieć postać bezbarwnej, przezroczystej, żrącej cieczy o ostrym zapachu, łatwo trawiącej szkło i inne substancje zawierające krzemionkę.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
1	2	3	4
a) Kwasu fluorowodorowego (HF), $\%(m/m)$, nie mniej niż	38	38	38
b) Substancji nielotnych (jako siarczany), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,003	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
e) Siarczynów (SO_3^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,004	nie normalizuje się
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,001	—
g) Krzemu (Si), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,05	0,1
h) Miedzi i ołowiu ($Cu^{2+} + Pb^{2+}$), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
i) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0001	0,0003	0,0005
j) Wapnia i magnezu ($Ca^{2+} + Mg^{2+}$), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,005	0,01
k) Substancji redukujących nadmanganian potasowy, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002

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

4. PAKOWANIE PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Odczynniki należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią butelki polietylenowe wg PN-84/O-79782, z nakrętką polietylenową i korkiem polietylenowym wg BN-73/6419-02.

Pojemność opakowania 1 l.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią:

a) kanistry polietylenowe wg BN-71/6411-01, pojemności opakowania 5 i 10 l,

b) skrzynki z tarcicy dla odczynników wg BN-63/7161-06.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001, umieszczając:

a) znak niebezpieczeństwa dla substancji trujących i napis „Truczna” (kwas fluorowodorowy należy do Wykazu A MZiOS)¹⁾,

b) znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących zgodnie z klasą RID/ADR-8¹⁾,

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

a) znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących i trujących zgodnie z przepisami transportowymi¹⁾ wg wzoru nr 8 „Materiał żrący” i nr 6.1 „Materiał trujący” wg RID/ADR,

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.3,

c) klasę niebezpieczeństwa 8 wg RID/ADR,

d) liczbę marginesową 280 l i p. 6 /ADR,

e) liczbę warstw składowania

— dla kanistrów polietylenowych (z zastosowaniem przekładki) 2 warstwy,

— dla skrzynek drewnianych 4 warstwy,

f) liczbę warstw ładowania

— dla kanistrów polietylenowych (z zastosowaniem przekładki) 2 warstwy,

— dla skrzynek drewnianych 3 warstwy.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych w przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 x 1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby

tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową.

4.4. Przechowywanie. Kwas fluorowodorowy odczynnikowy w opakowaniach wg 4.2, o liczbie warstw składowania wg 4.2.4e) należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach w temperaturze nie przekraczającej 30°C.

Okres gwarancji 2 lata.

4.5. Transport. Kwas fluorowodorowy 40% — materiał niebezpieczny kl. 8 RID/ADR — opakowany i oznakowany wg 4.2, o liczbie warstw ładowania wg 4.2.4f) należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości kwasu fluorowodorowego (HF) (3.2a),

b) oznaczanie zawartości substancji nietlotnych (jako siarczany) (3.2b),

c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),

d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),

e) oznaczanie zawartości siarczynów (3.2e),

f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),

g) oznaczanie zawartości krzemu (3.2g),

h) oznaczanie zawartości miedzi i ołowiu (3.2h),

i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),

j) oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (3.2j),

k) oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika ch.cz. i cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-4500, przyjmując:

a) wielkość partii — 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g,

c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

d) wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 600 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 161	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Przy przeprowadzeniu badań należy przestrzegać wymagań zawartych w PN-81/C-01055.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3.2. Oznaczanie zawartości kwasu fluorowodorowego (HF)

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień fenolowa, 0,1% roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.8.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. W naczynku polietylenowym, zamykanym dopasowaną pokrywką pojemności 5 ml, odważyć 2,0000 g badanego kwasu fluorowodorowego. Zawartość naczynka przelać ilościowo do parownicy platynowej lub zlewki polietylenowej zawierającej 50 ml wody, dodać 3 ÷ 5 kropli roztworu czerwieni fenolowej i szybko miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do trwałego malinowoczerwonego zabarwienia roztworu.

Zawartość kwasu fluorowodorowego HF (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,0200 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ ml/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

0,0200 — ilość kwasu fluorowodorowego odpowiadająca 1 ml wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, g,

m_1 — odważka badanego kwasu fluorowodorowego, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych (jako siarczany). 100,0 g (88 ml) badanego kwasu fluorowodorowego ch.cz. lub 50,00 g (45 ml) kwasu fluorowodorowego cz.d.a. i cz. umieścić w uprzednio wyprażonej i zważonej z dokładnością do 0,0002 g parownicy platynowej, dodać 0,5 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i odparować na łaźni wodnej. Następnie wyprażyć w temperaturze 500°C do stałej masy.

Zawartość substancji nielotnych (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

a — masa wyprażonej pozostałości, g,

m_2 — odważka badanej próbki, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1. oraz kwas borowy, roztwór 3%(m/m).

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. W parownicy platynowej zawierającej 7,5 ml roztworu kwasu borowego umieścić 1,00 g (0,9 ml) badanego kwasu fluorowodorowego, wymieszać, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 50 ml. Objętość roztworu dopełnić do 40 ml, dodać 2 ml kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra, ponownie wymieszać.

Badany kwas fluorowodorowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja badanego roztworu nie jest intensywniejsza od opalizacji

roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla gatunku ch.cz. — 0,01 mg Cl,

dla gatunku cz.d.a. — 0,03 mg Cl,

dla gatunku cz. — 0,05 mg Cl,

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1 oraz:

a) Kwas borowy, roztwór 3%(m/m).

b) Węglan sodu bezwodny, roztwór 1%(m/m).

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania 4,00 g (3,6 ml) badanego kwasu fluorowodorowego umieścić w parownicy platynowej, dodać 0,1 ml roztworu węglanu sodowego, 1 ml kwasu solnego i odparować na łaźni wodnej do sucha.

Do suchej pozostałości dodać 0,5 ml roztworu kwasu borowego i 10 ml wody. Roztwór przenieść ilościowo do zlewki pojemności 50 ml i uzupełnić objętość roztworu do 25 ml.

Dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.3.2.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla gatunku ch.cz. — 0,04 mg SO_4^{2-} ,

dla gatunku cz.d.a. — 0,08 mg SO_4^{2-} ,

dla gatunku cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczynów (SO_3^{2-})

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Jod, roztwór o $c(1/2 \text{ J}_2) = 0,01 \text{ mol/l}$.

b) Skrobia, roztwór 0,5%(m/m).

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 20,00 g (18 ml) badanego kwasu fluorowodorowego umieścić w parownicy platynowej zawierającej 50 ml wody, wymieszać. Następnie dodać 1 ml roztworu skrobi i z mikrobiurety roztworu jodu do pojawienia się niebieskiego zabarwienia roztworu.

Badany kwas fluorowodorowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się nie więcej niż:

dla odczynnika ch.cz. — 0,5 ml roztworu jodu,

dla odczynnika cz.d.a. — 2,0 ml roztworu jodu,

1 ml roztworu jodu o $c(1/2 \text{ J}_2) = 0,01 \text{ mol/l}$ odpowiada 0,0004 g siarczynów (SO_3^{2-}).

5.3.7. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3 oraz kwas borowy, roztwór 3%(m/m).

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g (9 ml) badanego kwasu fluorowodorowego umieścić w parownicy platynowej, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 0,5 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu kwasu borowego, przenieść ilościowo do zlewki pojemności 50 ml. Objętość roztworu uzupełnić do 15 ml, wymieszać i dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla gatunku ch.cz. — 0,02 mg PO_4^{3-} ,

dla gatunku cz.d.a. — 0,1 mg PO_4^{3-} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości krzemu (Si)

5.3.8.1. Aparatura

- Lampa z katodą wnątkową.
- Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek potasowy, roztwór 0,1%(m/m).
- Chlorek sodowy, roztwór 0,1%(m/m).
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Si, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.36b).
- Węglan sodowy bezwodny.

5.3.8.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu podtlenek azotu — acetylen, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Krzem należy oznaczać przy długości fali 251,6 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.8.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml dodać po 0,2 ml roztworu chlorku potasowego, następnie odmierzyć kolejno 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 ml roztworu wzorcowego krzemu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie krzemu w poszczególnych kolbach powinno wynosić $2 \cdot 10^{-5}$, $4 \cdot 10^{-5}$, $6 \cdot 10^{-5}$, $8 \cdot 10^{-5}$, $1 \cdot 10^{-4}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancje krzemu w każdym ze sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.8.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwasu fluorowodorowego (dla gatunku ch.cz. 2,00 g) umieścić w parownicy platynowej, dodać 0,4 ml roztworu chlorku potasowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w wodzie, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, dodać 0,25 ml roztworu chlorku sodowego, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zmierzyć absorbancję krzemu w sporządzonym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość krzemu (X_3) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{c_3 \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

- c_3 — stężenie krzemu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V_3 — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru, ml,
- m_3 — odważka badanego kwasu fluorowodorowego, g.

5.3.9. Oznaczanie zawartości miedzi i ołowiu (Cu+Pb)

5.3.9.1. Aparatura

- Lampa z miedziową katodą wnątkową.
- Lampa z ołowiową katodą wnątkową.
- Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy, roztwór o $c(\text{HNO}_3) = 0,001$ mol/l,

b) Kwas siarkowy, roztwór o $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001$ mol/l.

c) Kwas solny o $d(\text{HCl}) = 1,2$ g/ml.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony 1 + 99 roztworem kwasu siarkowego o stężeniu $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001$ mol/l.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony 10 + 90 roztworem kwasu azotowego o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,001$ mol/l.

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

5.3.9.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Pomiar należy wykonać przy następujących długościach fal rezonansowych

- dla miedzi 324,7 nm,
- dla ołowiu 217,0 nm lub 283,3 nm.

5.3.9.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej dla miedzi. Do 6 kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1,0, 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, 10,0 ml roztworu wzorcowego miedzi, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.9.5. Przygotowanie skali wzorców krzywej wzorcowej dla ołowiu. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 0,5, 1,0, 2,0, 4,0 i 5,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach powinno wynosić $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ i $5 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję ołowiu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.9.6. Wykonanie oznaczania. Pozostałość otrzymaną po oznaczaniu substancji nietopnych wg 5.3.3 rozpuścić na gorąco w 1 ml roztworu kwasu solnego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Równolegle przygotować z tych samych odczynników roztwór próby kontrolnej.

Zmierzyć absorbancję miedzi, a następnie ołowiu w sporządzonym roztworze oraz odpowiadającym roztworze próby kontrolnej, w warunkach identycznych jak przy sporządzeniu odpowiedniej krzywej wzorcowej.

Zawartość miedzi X_4 oraz następnie ołowiu X_5 obliczyć wg wzorów

$$X_4 = \frac{c_4 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2} - X'_4 \quad (4)$$

$$X_5 = \frac{c_5 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2} - X'_5 \quad (5)$$

w którym:

c_4 — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

c_5 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_4 — objętość roztworu przygotowanego do pomiaru, ml,

m_2 — odważka badanego kwasu fluorowodorowego wg 5.3.3, g,

X'_4 — zawartość miedzi w roztworze próby kontrolnej, %,

X'_5 — zawartość ołowiu w roztworze próby kontrolnej, %.

5.3.10. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe)

5.3.10.1. Aparatura

a) Lampa z żelazową katodą wnątkową.

b) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy o stężeniu $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ mol/l}$.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony 10 + 90 roztworem kwasu siarkowego o stężeniu $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ mol/l}$.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Fe}^{3+}$.

5.3.10.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Pomiaru należy wykonać przy długości fali 2482 nm.

5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego żelaza, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie żelaza w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $2 \cdot 10^{-5}$, $4 \cdot 10^{-5}$, $6 \cdot 10^{-5}$, $8 \cdot 10^{-5}$, i $1 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$. Zmierzyć absorbancję żelaza w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.10.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję żelaza w roztworze A przygotowanym wg 5.3.9.6 oraz w odpowiadającym roztworze próby kontrolnej, w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzy-

wej wzorcowej. Zawartość żelaza (X_6) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_6 = \frac{c_6 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2} - X'_6 \quad (6)$$

w którym:

c_6 — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_4 — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru wg 5.3.9.6, ml,

m_2 — odważka badanego kwasu fluorowodorowego 5.3.3, g,

X'_6 — zawartość żelaza w roztworze próby kontrolnej, %.

5.3.11. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu

5.3.11.1. Aparatura

a) Lampa z magnezową katodą wnątkową.

b) Lampa z wapniową katodą wnątkową.

c) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy, roztwór o stężeniu $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-0503 p. 2.2.1.70, rozcieńczony wodą 10 + 90.

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

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a), rozcieńczony wodą 1 + 99.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5} \text{ g Mg}^{2+}$.

5.3.11.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Pomiaru należy wykonać przy długości fali rezonansowych:

— dla wapnia 422,7 nm,

— dla magnezu 285,2 nm.

5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej dla wapnia. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 0,5, 1,0, 2,0, 4,0, 6,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie wapnia w poszczególnych kolbach powinno wynosić: $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ i $6 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$. Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.11.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej magnezu. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego magnezu, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie magnezu w poszczególnych kolbach powinno wynosić $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję magnezu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.11.6. Wykonanie oznaczania. 2,5 ml roztworu A, przygotowywanego wg 5.3.9.6, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 25 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B). Zmierzyć absorbancję wapnia, a następnie magnezu w sporządzonym roztworze B i odpowiadającym roztworze próby kontrolnej w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

W przypadku uzyskania absorbancji powyżej ostatniego punktu krzywej wzorcowej, próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć.

Zawartość wapnia (X_7) oraz magnezu (X_8) obliczyć w procentach wg wzorów

$$X_7 = \frac{c_7 \cdot V_2 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2 \cdot V_3} - X'_7 \quad (7)$$

$$X_8 = \frac{c_8 \cdot V_2 \cdot V_4 \cdot 100}{m_2 \cdot V_3} - X'_8 \quad (8)$$

w którym:

c_7 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

c_8 — stężenie magnezu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_2 — objętość roztworu A próbki wg 5.3.9.6, ml,

V_4 — objętość roztworu B próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

m_2 — odważka badanego kwasu fluorowodorowego wg 5.3.3, g,

V_3 — objętość roztworu pobrana z objętości, V_2 , ml,

X'_7 — zawartość wapnia w odpowiadającym roztworze próby kontrolnej, %,

X'_8 — zawartość magnezu w odpowiadającym roztworze próby kontrolnej, %.

5.3.12. Oznaczenia zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory. Nadmanganian potasowy, roztwór o $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,0100$ mol/l.

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g (9 ml) badanego kwasu fluorowodorowego umieścić w parownicy platynowej, rozcieńczyć wodą do objętości 40 ml, mieszając dodać z mikrobiurety roztworu nadmanganianu potasowego:

dla odczynnika ch.cz. — 1,00 ml,

dla odczynnika cz.d.a. — 1,25 ml,

dla odczynnika cz. — 2,5 ml.

Badany kwas fluorowodorowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe różowe zabarwienie roztworu nie zniknie przed upływem 10 min.

1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o stężeniu ściśle $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,0100$ mol/l odpowiada 0,00008 g tlenu.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6191-17

a) wprowadzono oznaczanie zawartości substancji redukujących dla gatunku czystego,

b) znowelizowano metody badań zawartości krzemu, metali ciężkich, żelaza oraz wapnia i magnezu,

c) wprowadzono oznaczanie miedzi i ołowiu zamiast oznaczania metali.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

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

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 x 1200 — EUR

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-84/O-79782 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Butelki. Wymagania ogólne i badania

BN-71/6411-01 Opakowania z tworzyw sztucznych. Kanistry z polietylenu. Wymagania i badania

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

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 zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS). (Dz. TiZK nr 7 poz. 35 z 1966 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 z późniejszymi zmianami

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji i międzynaro-

dowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz. TiZK nr 7 poz. 44 z 1985 r. wraz z późniejszymi zmianami)

4. Normy międzynarodowe

RWPG CT CЭВ 3857-82 Реактивы. Кислота вторнстоводородная

5. Symbol wg SWW

ch.cz — 1331-43,

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. Rozalia Adamczyk, mgr inż. Helena Czepelak — PPH Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.