

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-84
	Odczynniki Azotan rtęciowy		6191-19
			Zamiast BN-64/6191-19
			Grupa katalogowa 1051

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest azotan rtęciowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan rtęciowy ma:

a) wzór chemiczny —  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ,

b) masę molową — 333,62 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 głównych składników i zanieczyszczeń w normie ustala się dwa gatunki azotanu rtęciowego oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

**2.2. Przykład oznaczenia** azotanu rtęciowego czystego do analizy:

AZOTAN RTĘCIOWY cz.d.a. BN-84/6191-19

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Azotan rtęciowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów rozpuszczających się na powietrzu, nie rozpuszczalnych w alkoholu, rozpuszczalnych w wodzie zakwaszonej kwasem azotowym.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg przepisu	wg przepisu
b) Azotanu rtęciowego ( $\text{Hg}/\text{NO}_3$ ) $_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ , % (m/m), nie mniej niż	99,0	99,0
c) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym	wg przepisu	wg przepisu
d) Pozostałości nielotnej, % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,05
e) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,0035

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,01
g) Sole rtęciawe ( $\text{Hg}^{2+}$ ), % (m/m) nie więcej niż	0,15	0,5
h) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Suma ołowiu, miedzi, cynku, % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,005

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

### 4.1. Pakowanie

**4.1.1. Opakowanie jednostkowe** stanowią słoje szklane wykonane wg BN-84/6833-23 z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto: 100, 500 g.

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 od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

### 4.1.2. Opakowania transportowe

stanowią:

a) skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 2 i odmiany 1,

Pojedyncze słoje w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbitiem środkiem amortyzującym.

b) bębny metalowe wg BN-76/5046-02, odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 3,

c) pojemniki siatkowe typ EGS.

**4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego  
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 10 grudnia 1984 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1985 poz. 8)

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

- znak niebezpieczeństwa dla materiałów trujących wg PN-76/O-79252,
- znaki manipulacyjne wg PN-76/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3 i 2.4.4,
- klasę niebezpieczeństwa 6.1. — wg RID, ADR i PMN,
- liczbę marginesową 2601 punkt 53 (ADR),
- liczbę warstw składowania — 3 warstwy,
- liczbę warstw ładowania — 2 warstwy.

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania należy formować na paletach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem i deformacją.

**4.3. Przechowywanie.** Azotan rtęciowy należy przechowywać w magazynach dostosowanych do przechowywania substancji trujących. Okres gwarancji — 2 lata.

**4.4. Transport azotanu rtęciowego** może odbywać się dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi<sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie tożsamości (3.2a),
- oznaczanie procentowej zawartości azotanu rtęciowego  $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$  (3.2b),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym ( $\text{HNO}_3$ ) (3.2c),
- oznaczanie pozostałości nielotnej (3.2d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2a),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości soli rtęciowych (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości ołowiu, miedzi i cynku (3.2i).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne PN-57/C-04500 przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczby próbek jednostkowych wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej 550 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Sprawdzenie tożsamości.** 1,00 g badanego azotanu rtęciowego rozpuścić w 20 ml wody. Otrzymany roztwór badany w oddzielnych próbkach zachowuje się następująco:

a) Kilka ml badanego roztworu wysycić siarkowodem; wytrąca się czarny osad  $\text{HgS}$ , nie rozpuszczający się w 30% (m/m)  $\text{HNO}_3$ .

b) Do kilku ml badanego roztworu dodać 10% (m/m) roztworu jodku potasowego; wytrąca się żółty osad  $\text{HgI}_2$ , szybko przechodzący w odmianę czerwoną, rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika.

c) 1 ml badanego roztworu zmieszać w 3 ml roztworu siarczanu żelazawego i dodać ostrożnie 2 ml kwasu siarkowego o  $d(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ , na granicy warstw tworzy się brunatna obwódka.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości azotanu rtęciowego  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ .**

#### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Ałun żelazowo-amonowy, roztwór nasycony.
- Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$ ,
- Rodanek amonowy, roztwór o stężeniu  $c[\text{NH}_4(\text{CNS})] = 0,1000 \text{ mol/l}$ .

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,5000 g badanego azotanu rtęciowego rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego, dodać 40 ml wody, 1 ml roztworu ałunu żelazowo-amonowego i miareczkować roztworem rodanku amonowego do wystąpienia różowego zabarwienia. Zawartość azotanu rtęciowego obliczyć w procentach ( $X$ ) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0166817 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,66817}{m} \quad (1)$$

w którym:

- $V$  — objętość rodanku amonowego o stężeniu  $c[\text{NH}_4(\text{CNS})] = 0,1000 \text{ mol/l}$  użyta do miareczkowania, ml,  
 0,0166817 — ilość azotanu rtęciowego odpowiadająca 1 ml roztworu rodanku amonowego o  $c[\text{NH}_4(\text{CNS})] = 0,1000 \text{ mol/l}$ , g,  
 $m$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

**5.3.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym.** 2,00 g badanego azotanu rtęciowego rozpuścić w 20 ml kwasu azotowego 10% (m/m). Roztwór powinien być bezbarwny i nie zawierać nierozpuszczonej pozostałości.

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości pozostałości nielotnej

##### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy, roztwór 4,5% (m/m).
- Nadmanganian potasowy, roztwór 0,02% (m/m).
- Proszek miedzi lub tlenek miedzi.
- Proszek żelaza lub cienkie wióry.
- Węglan sodowy, roztwór 10% (m/m).

##### 5.3.4.2. Aparatura i przyrządy

- Komorę szklaną Rasothera lub kwarcowa — wg rysunku.
- Łaźnia piaskowa lub olejowa wg rysunku.
- Piec elektryczny.



d) Płuczka I — zawiera w 10% (m/m) roztwór węgla sodowego — wg rysunku.

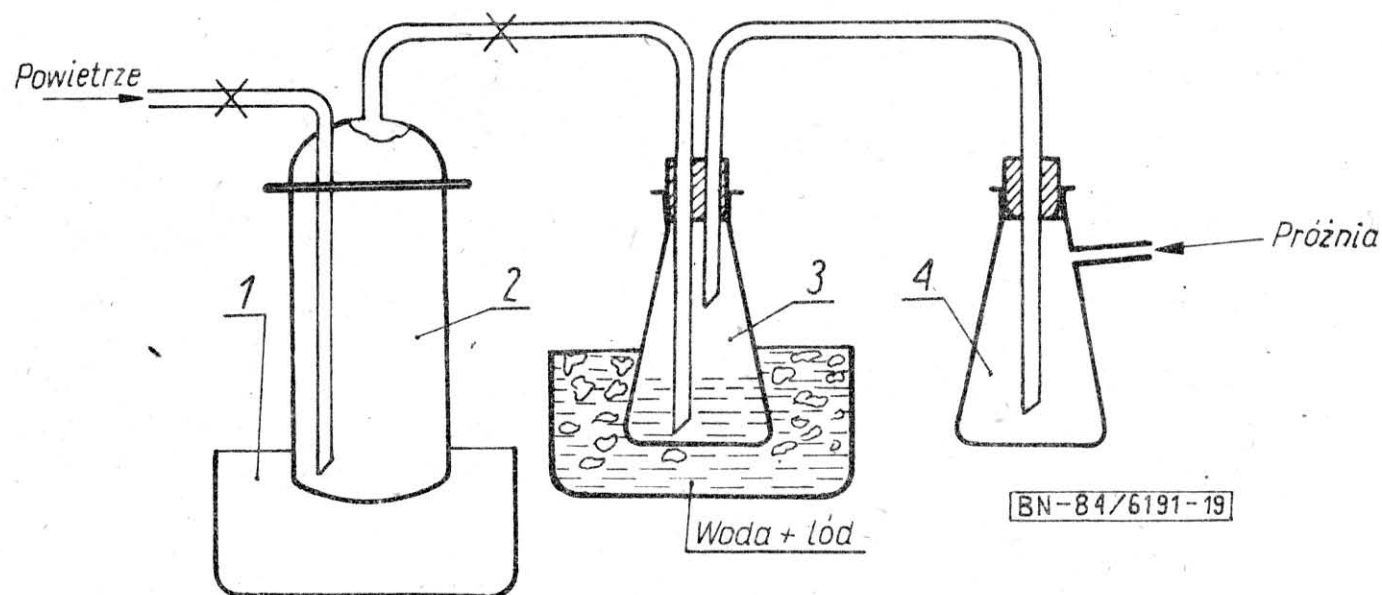
e) Płuczka II wg rysunku — zawiera:

— 5 cm warstwę proszku żelaza lub cienkie wióry

— 5 cm warstwę proszku miedzi lub tlenku miedzi

— 5 cm warstwę siarki elementarnej.

Poszczególne warstwy oddzielić warstwą sproszkowanego azbestu. Płuczkę II można zastąpić roztworem nadmanganianu potasowego, w roztworze kwasu siarkowego.



1 — łaźnia, 2 — komora, 3 — płuczka I, 4 — płuczka II

**5.3.4.3. Wykonanie oznaczania.** 20,00 g badanego azotanu rtęciowego przenieść do tygla porcelanowego uprzednio wyprażonego i zważonego do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g.

Umieścić w komorze na łaźni piaskowej lub olejowej lub w piecu elektrycznym, zamknąć komorę, podłączyć do zestawu płuczek i odpędzić rtęć w strumieniu powietrza przy małym podciśnieniu w temperaturze  $350 \div 550^\circ\text{C}$ . Pary rtęci oraz pary kwasu siarkowego zostaną pochłonięte w płuczce I, gdzie następuje wychłodzenie par rtęci  $95 \div 100\%$ . Niecałkowicie pochłonięte pary rtęci zostaną absorbowane całkowicie w płuczce II. Następnie tygiel porcelanowy wraz z pozostałością nielotną prażyć do stałej masy w piecu elektrycznym w temperaturze  $800^\circ\text{C}$  i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość pozostałości nielotnej obliczyć w procentach ( $X_1$ ) wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

$m_2$  — masa wyprażonej pozostałości, g,

$m_1$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak roztwór 25% (m/m).

b) Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,4$  g/ml.

c) Kwas mrówkowy roztwór 85% (m/m) oraz wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1c), d), e), f).

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 20,00 g badanego azotanu rtęciowego przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 2 ml kwasu azotowego, rozpuścić w około 150 ml wody. Przenieść do kolby pomiarowej pojem-

ności 200 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Pobrać 20 ml roztworu A (= 2 g), dodać 20 ml kwasu mrówkowego i doprowadzić pH roztworu do 8.

Roztwór ogrzać na łaźni wodnej do skoagulowania zredukowanej rtęci i wyklarowania roztworu nad osadem. Po oziębieniu, przenieść zawartość zlewki do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać (roztwór B).

Następnie odsączyć 50 ml (1 g) roztworu B, przez sączek uprzednio odmyty od jonów chlorkowych (reakcja z azotanem srebra). Roztwór przenieść do zlewki pojemności 100 ml i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2. Badany azotan rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalizacja nie będzie intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl<sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,035 mg Cl<sup>-</sup>.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 25 ml (= 0,5 g) przesączu roztworu B wg 5.3.5.2 umieścić w zlewce i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany azotan rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości soli rtęciowych (Hg<sup>+</sup>)

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy roztwór 20% (m/m).

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

c) Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,4$  g/ml.

d) Skrobia roztwór 0,5% (m/m).

e) Tiosiarczan sodowy, roztwór o stężeniu  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$  mol/l.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego azotanu rtęciowego przenieść do kolby pojemności 100 ml, dodać roztwór zawierający 49,5 ml wody, 0,5 ml kwasu azotowego i wymieszać do rozpuszczenia się badanej próbki.

Następnie dodać, ciągle mieszając, 15 ml roztworu chlorku sodowego, całość mocno wymieszać i pozostawić na 12 h. Przesączyć przez mały bezsolny sączonek (uprzednio przemyty 100 ml gorącej wody). Sączonek wraz z osadem przenieść do kolby stożkowej z korkiem na szlif pojemności 50 ml, dodać 10 ml wody.

Zawartość zlewki wymieszać do momentu usunięcia osadu z sączonek, dodać 5 ml roztworu jodu, zamknąć kolbę na szlif, zawartość wymieszać i odstawić w ciemnym miejscu na 1 h.

Nadmiar jodu zmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi.

Jednocześnie wykonać próbę kontrolną.

Zawartość rtęci ( $\text{Hg}^{+1}$ ) obliczyć w procentach ( $X_2$ ) wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,02006 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

$V_1$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$  zużyta do zmiareczkowania próbki kontrolnej, ml,

$V_2$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$  zużyta do zmiareczkowania badanego azotanu rtęciowego, ml,

$m_3$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g,  
0,02006 — ilość  $\text{Hg}^{+1}$  odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$ .

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

#### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$ .

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

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Fe}^{3+}$  przygotowany wg PN-81/C-06503 rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Fe}^{3+}$ .

#### 5.3.8.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z żelazową katodą wnątkową.

**5.3.8.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Żelazo należy oznaczać przy długości fali 248,3 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji żelaza dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A są następujące:

- przepływ powietrza — 5,0 l/min,
- przepływ acetylenu — 1,6 l/min,
- natężenie prądu lampy — 10 mA,
- szerokość szczeliny — 0,1 mm,
- wysokość strefy pomiarowej — 6 mm.

**5.3.8.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1, 2, 4, 6, 8 i 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego żelaza, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie żelaza w poszczególnych kolbach powinno wynosić  $1 \cdot 10^{-6}$ ,  $2 \cdot 10^{-6}$ ,  $4 \cdot 10^{-6}$ ,  $6 \cdot 10^{-6}$ ,  $8 \cdot 10^{-6}$ ,  $1 \cdot 10^{-5} \text{ g/ml}$ .

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

**5.3.8.5. Wykonanie oznaczania.** Pozostałość po oznaczeniu substancji nielotnych wg 5.3.4.3 rozpuścić w mieszaninie 4 ml kwasu solnego i 2 ml kwasu azotowego, odparować na łaźni wodnej do sucha, następnie rozpuścić w 1 ml kwasu solnego i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 ml (roztwór C).

Zmierzyć absorbancję żelaza w przygotowanym roztworze w warunkach 5.3.8.3.

Zawartość żelaza obliczyć w procentach ( $X_3$ ) wg wzoru

$$X_3 = \frac{c_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m_1} \quad (4)$$

w którym:

$c_1$  — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_3$  — objętość roztworu C próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_1$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości ołowiu ( $\text{Pb}^{2+}$ )

**5.3.9.1. Odczynniki i roztwory.** Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Pb}^{2+}$ .

#### 5.3.9.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z ołowiową katodą wnątkową.

**5.3.9.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Ołów należy oznaczać przy długości fali 217,0 nm lub 283,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji ołowiu dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A są następujące:

- przepływ powietrza — 5,0 l/min,
- przepływ acetylenu — 1,0 l/min,
- natężenie prądu lampy — 4 mA,
- szerokość szczeliny — 0,1 mm,
- wysokość strefy pomiarowej — 4 mm.

**5.3.9.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do 5 kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 0,5, 1, 2, 4, 5 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach powinno wynosić:  $5 \cdot 10^{-7}$ ,  $1 \cdot 10^{-6}$ ,  $2 \cdot 10^{-6}$ ,  $4 \cdot 10^{-6}$ ,  $5 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$ . Zmierzyć absorbancję ołowiu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.



**5.3.9.5. Wykonanie oznaczania.** Zmierzyć absorbancję ołowiu w roztworze C przygotowanym wg 5.3.8.5 w warunkach podanych w 5.3.9.3. Zawartość ołowiu obliczyć w procentach ( $X_4$ ) wg wzoru

$$X_4 = \frac{c_2 \cdot V_3 \cdot 100}{m_1} \quad (5)$$

w którym:

$c_2$  — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_3$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_1$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ )

#### 5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Cu}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503 rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Cu}^{2+}$ .

#### 5.3.10.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem,

b) Lampa z miedziową katodą wnątkową.

**5.3.10.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,7 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji miedzi dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A są następujące:

- przepływ powietrza — 5,0 l/min,
- przepływ acetyleny — 1,0 l/min,
- natężenie prądu lampy — 4 mA,
- szerokość szczeliny — 0,08 mm,
- wysokość strefy pomiarowej — 6 mm.

**5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do 6 kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1, 2, 4, 6, 8 i 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego miedzi, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach powinno wynosić  $1 \cdot 10^{-7}$ ,  $2 \cdot 10^{-7}$ ,  $4 \cdot 10^{-7}$ ,  $6 \cdot 10^{-7}$ ,  $8 \cdot 10^{-7}$ ,  $1 \cdot 10^{-6}$  g/ml. Zmierzyć absorbancję miedzi w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

**5.3.10.5. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej 100 ml odmierzyć 10 ml roztworu C przygotowanego w 5.3.8.5, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór D).

Zmierzyć absorbancję w warunkach ustalonych w 5.3.10.3.

Zawartość miedzi obliczyć w procentach ( $X_5$ ) wg wzoru

$$X_5 = \frac{c_3 \cdot V_5 \cdot V_3 \cdot 100}{m_1 \cdot V_4} \quad (6)$$

w którym:

$c_3$  — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_3$  — objętość roztworu C próbki przygotowanej do pomiaru wg 5.3.8.5, ml,

$V_5$  — objętość roztworu D przygotowanego do pomiaru, ml,

$V_4$  — objętość roztworu pobrana z objętości  $V_3$ , ml,

$m_1$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.11. Oznaczanie zawartości cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ )

#### 5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) \cong 1,15$  g/ml.

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

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Zn}^{2+}$  przygotowany w sposób następujący: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego o  $d(\text{HNO}_3) = 1,15$  g/ml, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

1 ml roztworu zawiera  $1 \cdot 10^{-3}$  g  $\text{Zn}^{2+}$ . Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1 + 99 roztworem kwasu azotowego o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 0,001$  mol/l. 1 ml otrzymanego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Zn}^{2+}$ .

#### 5.3.11.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampą z cynkową katodą wnątkową.

**5.3.11.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Cynk należy oznaczać przy długości fali 213,9 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji cynku dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A są następujące:

- przepływ powietrza — 5,0 l/min,
- przepływ acetyleny — 1,1 l/min,
- szerokość szczeliny — 0,1 mm,
- wysokość strefy pomiarowej — 8 mm,
- natężenie prądu lampy — 8 mA.

**5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 2, 4, 6, 8 i 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 0,001$  mol/l do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach powinno wynosić  $2 \cdot 10^{-7}$ ,  $4 \cdot 10^{-7}$ ,  $6 \cdot 10^{-7}$ ,  $8 \cdot 10^{-7}$  i  $1 \cdot 10^{-6}$  g/ml.

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

**5.3.11.5. Wykonanie oznaczania.** Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze D przygotowanym w 5.3.10.5 w warunkach podanych w 5.3.11.3.

Zawartość cynku obliczyć w procentach ( $X_6$ ) wg wzoru

$$X_6 = \frac{c_4 \cdot V_2 \cdot V_5 \cdot 100}{m_1 \cdot V_4} \quad (7)$$

w którym:

$c_4$  — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_2$  — objętość roztworu C próbki przygotowanej do pomiaru wg 5.3.8.5, ml,

$V_5$  — objętość roztworu D przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_1$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g,

$V_4$  — objętość roztworu pobrana z objętości  $V_1$ , ml.

## INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-19**

a) znowelizowano metody badań zawartości substancji nielotnych.  
b) znowelizowano metodę oznaczania zawartości chlorków i siarczanów.

c) znowelizowano metodę oznaczania metali ciężkich oraz żelaza.

**3. Normy i dokumenty związane**

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

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

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

PN-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 przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

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

PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-84/6833-23 Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

BN-76/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN), (Dz. TiZK nr 20, poz. 84 z 1968 r.)

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.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej — załącznik 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej SMGS, (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik nr I do konwencji CIM (Dz.U. nr 21, poz. 137)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej RID (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.)

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik 10 do DKP (Dz. TiZK nr 4, poz. 10 z 1968 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 z 1968 r. nr 35, poz. 250)

**4. Symbol wg SWW**

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.

**5. Autorzy projektu normy** — R. Niewięc, mgr inż. H. Czepelak,

Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.