

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-84
	Odczynniki Chlorek rtęciowy		6191-23
			Zamiast BN-64/6191-23
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek rtęciowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek rtęciowy ma:

- a) wzór chemiczny — HgCl_2 ,
- b) masę molową — 271,50 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 składnika i zanieczyszczeń ustala się dwa gatunki chlorku rtęciowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku rtęciowego czystego do analizy:

CHLOREK RTĘCIOWY czysty do analizy BN-84/6191-23

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek rtęciowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub krystalicznego proszku barwy białej, rozpuszczalnych w wodzie, alkoholu i eterze. Ma własności silnie trujące.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Chlorku rtęciowego (HgCl_2), % (m/m), nie mniej niż	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w bezwodnym alkoholu etylowym (Hg_2Cl_2), % (m/m), nie więcej niż	0,02	0,05
c) Pozostałość nielotna, jako siarczany, % (m/m), nie więcej niż	0,02	0,04
d) Zawartość sodu, potasu, wapnia (Na_2SO_4 , K_2SO_4 , CaSO_4), % (m/m), nie więcej niż	0,02	0,04

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Metali ciężkich (Pb^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
f) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Arsenu (As), % (m/m), nie więcej niż	0,0001	0,001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoiki szklane wykonane zgodnie z wymaganiami wg BN-83/6833-23, z nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02, z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką wg BN-71/6419-03. Masa netto: 50, 100, 250, 500, 1000 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 niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

4.1.2. Opakowanie transportowe

a) Skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1.

Pojedyncze słoiki w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzynkach w 1 warstwie.

b) Palety skrzynkowe z drutu typ UJC. Pojedyncze słoiki na paletach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać po 3 warstwy.

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 18 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, p. 2.4.3,
- klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID(ADR),
- liczbę marginesową 2601 i p. 53 (ADR),
- liczbę warstw składowania:
 - dla skrzynek drewnianych 4 warstwy
 - dla (skrzynek) palet skrzynkowych 3 warstwy,
- liczbę warstw ładowania:
 - dla skrzynek drewnianych 3 warstwy
 - dla skrzynek palet skrzynkowych 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 się i deformacją i nie powinien być wyższy niż 1,9 m.

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

4.4. Transport chlorku rtęciowego może odbywać się dowolnym krytym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi.

5. BADANIA

5.1. Zasady ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.2. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości chlorku rtęciowego (3.2.a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w bezwodnym alkoholu etylowym (3.2.b),
- oznaczanie pozostałości nietłonej (siarczany) (3.2.c),
- oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (Na_2SO_4 , K_2SO_4 , CaSO_4) (3.2.d),
- oznaczanie metali ciężkich (Pb^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+}) (3.2.e),
- oznaczanie żelaza (Fe^{3+}) (3.2.f),
- oznaczanie arsenu (As) (3.2.g).

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wymagania wg PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

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

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych partii	Liczba próbek jednostkowych
1	2
do 15	5
15÷25	7
26÷63	8
64÷100	9
powyżej 100	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości chlorku rtęciowego (HgCl_2)

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan cynku lub siarczan cynku, roztwór o $c(\text{Zn}/\text{NO}_3)_2 = 0,05 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ lub $c(\text{ZnSO}_4 + 7\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5.

b) Bufor amonowy pH-10 przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3 (roztwór buforowy nr I).

c) Czerń eriochromowa T — mieszanina z chlorkiem sodowym przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.6.9.

d) Wersenian dwusodowy roztwór o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5b.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,4000 g badanego chlorku rtęciowego rozpuścić w 50 ml roztworu wody, dodać 50,00 ml roztworu wersenianu dwusodowego i 10 ml roztworu buforu amonowego. Całość dobrze wymieszać i odmiareczkować nadmiar wersenianu dwusodowego roztworem siarczanu cynkowego wobec wskaźnika czerni eriochromowej do wyraźnej zmiany koloru z szaroniebieskiego do fioletowego. Zawartość chlorku rtęciowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01357 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,357}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{Di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ użyta do miareczkowania, ml,

0,01357 — ilość chlorku rtęciowego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ g,

m — odważka badanego chlorku rtęciowego, g.

Do obliczania zawartości rtęci w chlorku rtęciowym należy stosować mnożnik 0,010003.

0,010003 — ilość rtęci odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, g.

5.4.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym (Hg_2Cl_2). 5,00 g badanego chlorku rtęciowego przenieść do kolby stożkowej z korkiem na szlif i rozpuścić w 125 ml bezwodnego alkoholu etylowego, a następnie przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G_4 , wysuszony do stałej masy w temperaturze 50°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Nierozpuszczony osad na tyglu przemyć bezwodnym alkoholem etylowym (około 100 ml), tygiel ponownie wysuszyć do stałej masy w temperaturze 50°C i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w badanym alkoholu etylowym (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m_1 — masa wysuszonej pozostałości, g,
- m_2 — odważka badanego chlorku rtęciowego, g.

5.4.3. Oznaczanie zawartości pozostałości nielotnej (jako siarczany)

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

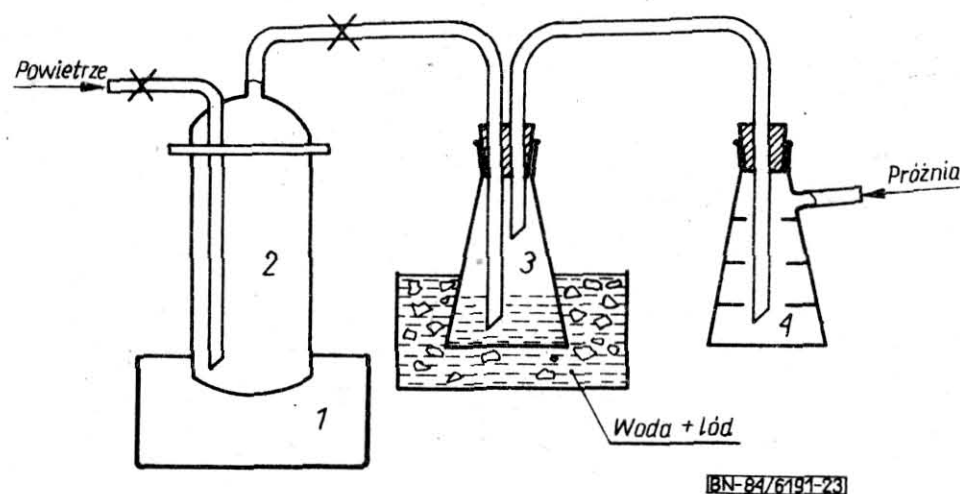
- a) Kwas siarkowy, roztwór 4,5% (m/m),
- b) Nadmanganian potasowy, roztwór 0,02% (m/m),
- c) Proszek miedzi lub tlenek miedzi.
- d) Proszek żelaza lub cienkie wióry.
- e) Siarka elementarna.
- g) Węglan sodowy, roztwór 10% (m/m).

5.4.3.2. Aparatura, wg rysunku, w skład której wchodzi:

- a) łaźnia piaskowa lub olejowa lub piec elektryczny (1),
- b) komora szklana Rasotherm lub kwarcowa (2),
- c) płuczka I (3), zawierająca 10% (m/m) roztwór węglanu sodowego,
- d) płuczka II (4) zawierająca 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 4,5% (m/m).



BN-84/6191-23

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. 20,00 g badanego chlorku rtęciowego przenieść do tygla porcelanowego uprzednio wyprażonego i zważonego do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g, dodać 1 ml kwasu siarkowego o $d(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84$ g/ml, umieścić w komorze na łaźni piaskowej, olejowej lub w piecu elektrycznym, zamknąć komorę, podłączyć do zestawu płuczek i odpędzić chlorek rtęciowy 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 do $95 \div 100\%$. Niecałkowicie pochłonięte pary rtęci zostają absorbowane całkowicie w płuczce II. Następnie tygiel porcelanowy wraz z pozostałością nielotną należy prażyć do stałej masy w piecu elektrycznym w temperaturze 800°C i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość pozostałości nielotnej (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_3}{m_4} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- m_3 — masa wyprażonej pozostałości, g,
- m_4 — odważka badanego chlorku rtęciowego, g.

Suchą pozostałość zachować do oznaczania zawartości sumy sodu, potasu, wapnia, sumy metali ciężkich (Pb, Cu, Zm) oraz żelaza.

Wykonać równoległe próbę kontrolną.

5.4.4. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (Na_2SO_4 , K_2SO_4 , CaSO_4)

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04953 p. 2.4 oraz

kwas azotowy roztwór o $c(\text{HNO}_3) = 1,15$ mol/l, kwas solny o $d(\text{HCl}) = 1,12$ g/ml.

5.4.4.2. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

5.4.4.3. Sporządzenie skali wzorców i krzywych wzorcowych — wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.4.4.4. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po oznaczeniu substancji nielotnych wg 5.4.3.3 rozpuścić w mieszaninie 4 ml kwasu solnego oraz 2 ml kwasu azotowego i odparować na łaźni wodnej do sucha.

Następnie rozpuścić w 1 ml kwasu solnego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). W roztworze A wykonać oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia wg PN-68/C-04953 p. 2.7.

Zawartość siarczany sodu (X_3), siarczany potasu (X_4), siarczany wapnia (X_5), obliczyć wg wzorów:

$$X_3 = \frac{3,08917 \cdot c_1 \cdot V_1}{m_4} \quad (4)$$

$$X_4 = \frac{2,2283 \cdot c_2 \cdot V_1}{m_4} \quad (5)$$

$$X_5 = \frac{3,3967 \cdot c_3 \cdot V_1}{m_4} \quad (6)$$

w których:

- 3,08917 — mnożnik analityczny sodu na siarczan sodu,
- 2,2283 — mnożnik analityczny potasu na siarczan potasu,
- 3,3967 — mnożnik analityczny wapnia na siarczan wapnia,
- c_1 — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, %,
- c_2 — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, %,
- c_3 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, %,
- V_1 — objętość roztworu A próbki, ml,
- m_4 — odważka badanego chlorku rtęciowego wg 5.4.3.3, g.

Sumę siarczanów sodu, potasu i wapnia (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = X_3 + X_4 + X_5 \quad (7)$$

5.4.5. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb^{2+})

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46, rozcieńczony wodą w stosunku 10÷90.

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

5.4.5.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnękową.

5.4.5.3. 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. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji ołowiu dla spektrofotometru PYE Unicam SPT90TA są następujące:

przepływ powietrza — 5,0 l/min,

przepływ acetyleny — 1,0 l/min,

natężenie prądu lampy — 4 mA,

szerokość szczeliny — 0,1 mm,

wysokość strefy pomiarowej — 4 mm.

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

5.4.5.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję ołowiu w roztworze A przygotowanym wg 5.4.4.4 w warunkach podanych w 5.4.5.3. Zawartość ołowiu (X_7) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{c_4 V_1 \cdot 100}{m_4} \quad (8)$$

w którym:

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

V_1 — objętość roztworu A przygotowanego do pomiaru wg 5.4.4.4, ml,

m_4 — odważka badanego chlorku rtęciowego (wg 5.4.3.3), g.

5.4.6. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony wodą w stosunku 1 ÷ 99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

5.4.6.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnękową.

5.4.6.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,8 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.

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

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

5.4.6.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 25 ml roztworu A przygotowanego wg 5.4.4.4, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B).

Zmierzyć absorbancję miedzi w tak przygotowanym roztworze B w warunkach podanych w 5.4.7.3.

Zawartość miedzi (X_8) obliczyć w procentach wg wzoru.

$$X_8 = \frac{c_5 \cdot V_1 V_3 \cdot 100}{m_4 V_2} \quad (9)$$

w którym:

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

V_1 — objętość roztworu A przygotowanego wg 5.4.4.4, ml,

V_3 — objętość roztworu B, ml,

m_4 — odważka badanego chlorku rtęciowego (wg 5.4.3.3), g,

V_2 — objętość roztworu próbki pobrana w objętości V_1 , ml.

5.4.7. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o $d(HNO_3) = 1,15$ g/ml i roztwór o $c(HNO_3) = 0,001$ mol/l,

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego (1,15), przemieścić ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

1 ml roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} . Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1+99 roztworem kwasu azotowego o $c(HNO_3) = 0,001$ mol/l.

1 ml otrzymanego roztworu powinien zawierać: $1 \cdot 10^{-5}$ g Zn^{2+} .

5.4.7.2. Aparatury i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z cynkową katodą wnąkową.

5.4.7.3. 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 absorpcji 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.

5.4.7.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 2, 4, 6, 8 i 10 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$ 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 absorbcję cynku w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.4.7.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbcję cynku w roztworze B przygotowanym wg 5.4.6.5, w warunkach podanych w 5.4.7.3,

Zawartość cynku (X_9) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{c_6 V_1 V_3 \cdot 100}{m_4 \cdot V_2} \quad (10)$$

w którym:

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

V_1 — objętość roztworu A przygotowanego wg 5.4.4.4, ml,

V_3 — objętość roztworu B przygotowanego wg 5.4.6.5, ml,

m_4 — odważka badanego chlorku rtęciowego z 5.4.3.3, g,

V_2 — objętość roztworu pobrana z objętości V_1 , ml.

5.4.8. Oznaczanie zawartości żelaza Fe^{3+}

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony wodą w stosunku 10+90.

1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego powinien zawierać $1 \cdot 10^{-4}$ g Fe^{3+} .

5.4.8.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z żelazową katodą wnąkową.

5.4.8.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Żelazo należy oznaczyć przy długości fali

248,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbcji żelaza dla spektrofotometru PYE Unicam SP90A są następujące:

przepływ powietrza — 5,0 l/min,

przepływ acetyleny — 1,6 l/min,

natężenie prądu lampy — 10 mA,

szerokość szczeliny — 0,1 mm,

wysokość strefy pomiarowej — 6 mm.

5.4.8.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego żelaza, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie w poszczególnych kolbach powinno wynosić $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$,

$4 \cdot 10^{-6}$, $6 \cdot 10^{-6}$, $8 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

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

5.4.8.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbcję żelaza w roztworze A przygotowanym wg 5.4.4.4, w warunkach podanych w 5.4.8.3. Zawartość żelaza (X_{10}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{10} = \frac{c_7 \cdot V_1 \cdot 100}{m_4} \quad (11)$$

w którym:

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

V_1 — objętość roztworu A przygotowanego do pomiaru wg 5.4.4.4, ml,

m_4 — odważka badanego chlorku rtęciowego (wg 5.4.3.3), g.

5.4.9. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory — przygotowane wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz węgiel sodu bezwodny.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego chlorku rtęciowego dla gatunku cz.d.a., 1,00 g badanego chlorku rtęciowego dla gatunku cz. przenieść do parowniczkę lub tygla porcelanowego, dodać 2,50 g bezwodnego węgla sodowego i całość dobrze wymieszać. Następnie umieścić parowniczkę w komorze do odpędzania rtęci wg 5.4.4.3 lub w piecu elektrycznym pod dobrze działającym wyciągiem w celu odpędzenia rtęci.

Pozostałość w parownicy wyługować gorącą wodą w ilości około 30 ml i przenieść ilościowo do aparatu do oznaczania arsenu.

Wykonać oznaczanie zawartości arsenu wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6. Badany chlorek rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego próbki badanej nie jest intensywniejsze niż powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego próbki kontrolnej zawierającej te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,01 mg As.

5.4.10. Inne metody. Dopuszcza się oznaczanie zawartości:

— sodu, potasu i wapnia (jako sumy siarczanów) jako substancji niestrącalnych siarkowodorem,

- metali ciężkich jako sumy ołowiu miedzi i cynku wg PN-80/C-04515 metoda A,
- zawartości żelaza wg PN-81/C-04521/03.

5.4.11. Oznaczanie zawartości sodu, potasu, wapnia (Na₂SO₄, K₂SO₄, CaSO₄)

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny o $d(\text{HCl}) = 1,12 \text{ g/ml}$,
- b) Kwas siarkowy o $d(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$,
- c) Siarkowodór.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego chlorku rtęciowego przenieść do kolby stożkowej pojemności 50 ml i rozpuścić w 200 ml wody. Roztwór zakwasić 10 ml kwasu solnego i wysycić siarkowodorem do całkowitego strącenia się rtęci. Zawartość kolby rozcieńczyć wodą do objętości 250 ml, wymieszać i pozostawić do opadnięcia osadu na dno kolby.

Roztwór przesączyć przez suchy sączek odrzucając pierwsze około 15 ml przesączu. Do 125 ml przesączu dodać 1 ml kwasu siarkowego i odparować do małej objętości (około 25 ml), a następnie przenieść ilościowo do parownicy platynowej lub porcelanowej wyprażonej do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość parownicy odparować do sucha, następnie przepażyć do zaniku dymów i wyprażyć do stałej masy w temperaturze 600°C.

Zawartość sodu, potasu, wapnia jako substancji niestrącalnych siarkowodorem (X_{11}) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{11} = \frac{m_5 \cdot 250 \cdot 100}{m_6 \cdot 125} = \frac{m_5 \cdot 200}{m_6} \quad (12)$$

w którym:

- m_5 — masa wyprażonej pozostałości, g,
- m_6 — odważka badanego chlorku rtęciowego, g.

5.4.12. Oznaczanie metali ciężkich (Pb, Cu, Zn)

5.4.12.1. Odczynniki i roztwory — przygotowane wg PN-80/C-04515 p. 2.3.2.

5.4.12.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 ml = 4,0 g roztworu (A) przygotowanego wg 5.4.5.4 umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany chlorek rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie silniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg Pb²⁺.

5.4.13. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.4.13.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/03 p. 4.

5.4.13.2. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-81/C-04521/03 p. 3.

5.4.13.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-81/C-04521/03 p. 6a).

5.4.13.4. Wykonanie oznaczania. 10,00 ml roztworu A (4,0 g) przygotowanego wg 5.4.4.4 umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml i wykonać oznaczanie zawartości żelaza wg PN-81/C-04521/03 p. 6b).

W przypadku oznaczania dopuszczalnej zawartości żelaza wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 9.

- Dla roztworów porównawczych dodać:
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Fe³⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Fe³⁺.

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-64/6191-23

- a) znowelizowano metody badań zawartości głównego składnika, substancji nielotnych, żelaza,
- b) wprowadzono oznaczenie ołowiu, miedzi i cynku oraz sodu, potasu i wapnia.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich
- PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego
- PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika
- PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

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

BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-83/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH dla odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od dnia 15 września 1968 r. (Dz.TiZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.).

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej — załącznik 4 do umowy SMGS (Dz.T.iZK nr 7 poz. 35 z 1966 r.).

Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik nr 1 do konwencji CIM(Dz.U. nr 21 poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.), wraz z późniejszymi zmianami.

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. z 1983 r. nr 67, poz. 301).

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 nr 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 — spec. R. Niewięc, mgr inż. H. Czepek, PPH Polskie Odczynniki Chemiczne.