

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki Bromek rtęciowy	6191-77
		Zamiast ZN-55/MPCh/05-387
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

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

Bromek rtęciowy ma:

- wzór chemiczny  $HgBr_2$ ,
- masę cząsteczkową 360,44 (1961 r.).

1.2. Normy związane

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki bromku rtęciowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia bromku rtęciowego czystego do analizy:

BROMEK RTĘCIOWY cz.d.a. BN-69/6191-77

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Bromek rtęciowy powinien mieć postać białych kryształów rozpuszczalnych w roztworach bromków, wodzie, alkoholu i eterze. Ma własności silnie trujące.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Odczynniki	
	cz.d.a.	cz.
a) Bromku rtęciowego, %, co najmniej	99,5	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w roztworze bromku, %, nie więcej niż	0,02	0,04
c) Pozostałość po prażeniu, %, nie więcej niż	0,03	0,04
d) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
e) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	0,0002

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Bromek rtęciowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001. Rodzaj opakowania - słoiki szklane z nakrętką i podkładką polietylenową. Masa netto: 100, 125, 250, 500 g. Słoiki zaopatrzyć w etykiety z napisem: Trucizna. Chronić przed światłem. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inną wielkość opakowania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

5.2. Rodzaje i opis badań5.2.1. Oznaczanie zawartości bromku rtęciowego5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Pył cynkowy (o zawartości cynku co najmniej 90%).
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Azotan srebra cz.d.a. roztwór 0,1n.
- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasycony na zimno.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczenia. 1,0000 g badanego bromku rtęciowego umieścić w zlewce o pojemności 100 ml, dodać 2 g pyłu cynkowego, 50 ml wody ogrzać do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 1 godz. Po ostudzeniu przenieść mieszaninę do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml, dokładnie spłukać wodą osad ze ścianek zlewki, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski, wymieszać i przesączyć przez suchy sącdek do suchej kolby, odrzucając pierwsze 10 ml przesącza.

Do 25 ml przesącza w kolbie stożkowej pojemności 200 ml dodać 10 ml kwasu azotowego i przy ciągłym mieszaniu dolać 40 ml roztworu azotanu srebra. Kolbę zamknąć korkiem szklanym i skłócać zawartość tak długo, aż osad zbije się w kłaczki, a roztwór nad osadem stanie się zupełnie przezroczysty. Nadmiar azotanu srebra odmiareczkować roztworem rodanku amonowego w obecności 1 ÷ 2 ml roztworu ałunu żelazowo-amonowego.

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 31 stycznia 1969 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1969 r. (Mon. Pol. nr 14/1969 poz. 110)

Zawartość bromku rtęciowego w procentach ( $X$ ) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0180\ 022 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 7,209}{m}$$

w którym:

$V_1$  - objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra pobrana do oznaczania, ml,

$V_2$  - objętość ściśle 0,1n roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania, ml,

$m$  - odważka badanego bromku rtęciowego, g,

0,018 022 - ilość bromku rtęciowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g.

### 5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze bromku potasowego

#### 5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Bromek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego bromku rtęciowego rozpuścić w 50 ml uprzednio przesączonego roztworu bromku potasowego. Otrzymany roztwór dopełnić wodą destylowaną do objętości 500 ml. Roztwór ogrzać na łaźni wodnej w ciągu 1/2 godz, a następnie przesączyć przez szklany tygiel do sączenia nr 4. Osad w tyglu przemyć 2 ÷ 3 razy uprzednio przesączonym roztworem bromku potasowego, a następnie wodą do zaniku reakcji na jony Br w wodach z przemywania (próba z azotanem srebra). Osad w tyglu wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany bromek rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. 1,0 mg,

dla odczynnika cz. 2,0 mg.

#### 5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu.

5,00 g badanego bromku rtęciowego rozpuścić w 6 ml 20-procentowego roztworu kwasu siarkowego cz. Roztwór odparować do sucha na łaźni piaskowej a następnie wyprażyć na niewielkim płomieniu palnika, a po ulotnieniu się głównej ilości soli - na pełnym płomieniu do stałej masy.

Badany bromek rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza

dla odczynnika cz.d.a. 1,0 mg,

dla odczynnika cz. 2,0 mg.

Pozostałość po wyprażeniu zachować do oznaczania żelaza wg 4.2.4.

Oznaczanie pozostałości po prażeniu należy wykonać w zamkniętym wyciągu przy dobrze działającej wentylacji.

### 5.2.4. Oznaczanie zawartości żelaza ( $Fe^{3+}$ )

#### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12)

b) Kwas - sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Roztwór wzorcowy jony  $Fe^{3+}$  przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990 (1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Fe^{3+}$ ).

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do pozostałości po wyprażeniu (p. 5.2.3) dodać 3 ml kwasu solnego i ogrzewać w przykrytym tyglu na łaźni wodnej do chwili rozpuszczenia się pozostałości. Zawartość tygla spłukać do kolby stożkowej o pojemności 100 ml, dać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 10 ml roztworu amoniaku, dopełnić wodą objętość roztworu do 40 ml i ponownie wymieszać.

Badany bromek rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie badanego roztworu nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,025 mg  $Fe^{3+}$ ,

dla odczynnika cz. 0,05 mg  $Fe^{3+}$ .

5.2.5. Oznaczanie zawartości arsenu (As). 5,00 g badanego bromku rtęciowego dobrze wymieszać z 2,5 g bezwodnego węgla sodowego cz.d.a., zwilżyć 5 ml wody i ostrożnie odparować do sucha, a następnie wyprażyć pod dobrze działającym wyciągiem. Do pozostałości dodać 2 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. 0,005 mg As,

dla odczynnika cz. 0,01 mg As.