

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-84
	Odczynniki	6191-175
	Azotan rtęciawy	Grupa katalogowa 1051

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest azotan rtęciawy jako odczynnik chemiczny.

Azotan rtęciawy ma:

- a) wzór chemiczny —  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  
b) masę molową — 561,22 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, ustala się dwa gatunki azotanu rtęciawego, oznaczane:

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

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

AZOTAN RTĘCIAWY cz.d.a. BN-84/6191-175

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Azotan rtęciawy powinien być bezbarwnym krystalicznym proszkiem lub mieć postać niewielkich kryształów, powinien rozpuszczać się w wodzie zakwaszonej kwasem azotowym. Może zawierać wolną rtęć w postaci drobniutkich kropelek.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Azotanu rtęciawego [ $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ], % (m/m), nie mniej niż	98	97
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym, % (m/m), nie więcej niż	0,05	0,1
c) Pozostałości nielotnej, % (m/m), nie więcej niż	0,02	0,01
d) Soli rtęciowych ( $\text{Hg}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,5	1

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
f) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,01	nie normuje się
g) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Ołowiu, miedzi i cynku ( $\text{Pb}^{2+} + \text{Cu}^{2+} + \text{Zn}^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż	0,002	nie normuje się

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

### 4.1. Pakowanie

**4.1.1. Opakowania jednostkowe** stanowią słoiki szklane wykonane zgodnie z BN-83/6833-23, słoje typu POCH do odczynników chemicznych, z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną, chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto — 100, 500 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą 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** — hoboki metalowe ocynkowane.

Masa netto — 50 kg.

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

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

- a) znak niebezpieczeństwa dla materiałów trujących wg PN-76/O-79252,  
b) znaki manipulacyjne wg PN-76/O-79252,  
c) klasę niebezpieczeństwa RID — 6.1,  
d) liczbę marginesową 2601, punkt 53 (ADR).

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego — Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 23 lipca 1984 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1985 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1984 poz. 31)

**4.2. Przechowywanie.** Azotan rtęciawy należy przechowywać w magazynach dostosowanych do przechowywania substancji trujących.

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

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie procentowej zawartości azotanu rtęciawego  $[\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  (3.2a),

b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym ( $\text{HNO}_3$ ) (3.2b),

c) oznaczanie pozostałości nielotnej (3.2c),

d) oznaczanie zawartości soli rtęciowych (3.2d),

e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),

f) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),

g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),

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

**5.2. Pobieranie próbek** odczynnika cz.d.a. — wg PN-70/C-80047.

Pobieranie próbek odczynnika w gatunku cz. — wg PN-67/C-04500, przy czym:

a) wielkość partii — 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g,

c) liczba próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

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

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 550 g.

Tablica 2

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

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Oznaczanie zawartości azotanu rtęciawego**  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

#### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Ałun żelazowo-amonowy, roztwór nasycony.

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

c) Nadmanganian potasowy, roztwór o  $c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0,1$  mol/l.

d) Rodanek amonowy, roztwór o  $c(\text{NH}_4\text{CNS}) = 0,1000$  mol/l.

e) Siarczan żelazawy, proszek.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** 1,0000 g badanego azotanu rtęciawego rozpuścić w 25 ml kwasu azotowego, w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml.

Do roztworu dodać powoli, przy ciągłym mieszaniu, roztwór nadmanganianu potasowego (około 40 ÷ 50 ml), do pojawienia się różowego zabarwienia utrzy-

mującego się w ciągu 2 ÷ 3 min i do wydzielania się kłaczkowatego osadu barwy brunatnej. Osad pozostawić do odstania.

Barwę roztworu obserwować po opadnięciu osadu. Następnie do cieczy dodać małymi porcjami po 0,2 ÷ 0,3 g drobnego, sproszkowanego siarczanu żelazowego, do odbarwienia roztworu i całkowitej jego przezroczystości, po czym uzupełnić objętość roztworu wodą do 100 ml i dokładnie wymieszać. 25 ml otrzymanego roztworu miareczkować roztworem rodanku amonowego, stosując jako wskaźnik ałun żelazowo-amonowy.

Zawartość azotanu rtęciawego ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01403 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25} - 1,3989 \cdot X_3 \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość rodanku amonowego o stężeniu  $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1000$  mol/l, użyta do miareczkowania, ml,

0,01403 — ilość azotanu rtęciawego odpowiadająca 1 ml roztworu rodanku amonowego  $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1000$  mol/l, g,

$m$  — odważka badanego azotanu rtęciawego, g,

1,3989 — mnożnik przeliczeniowy zawartości  $\text{Hg}^{2+}$  na azotan rtęciawy,

$X_3$  — zawartość soli rtęciowych ( $\text{Hg}^{2+}$ ).

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym.** 10,00 g badanego azotanu rtęciawego, drobno rozartego, rozpuścić w 3 ml kwasu azotowego o  $d(\text{HNO}_3) = 1,15$  g/ml i 45 ml wody. Pozostawić przez 30 min, często mieszając roztwór. Roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty gorącą wodą i wysuszony w temperaturze 105°C do stałej masy tygiel szklany do sączenia G4. Osad przemyć wodą i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{10} = m_1 \cdot 10 \quad (2)$$

w którym  $m_1$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości pozostałości nielotnej**

**5.3.3.1. Aparatura** — wg rysunku.

a) Komora szklana Rasothem lub kwarcowa.

b) Łażnia piaskowa lub olejowa.

c) Piec elektryczny.

d) Płuczka I zawierająca 10%(m/m) roztwór węgla-sodu sodowego.

e) Płuczka II zawierająca:

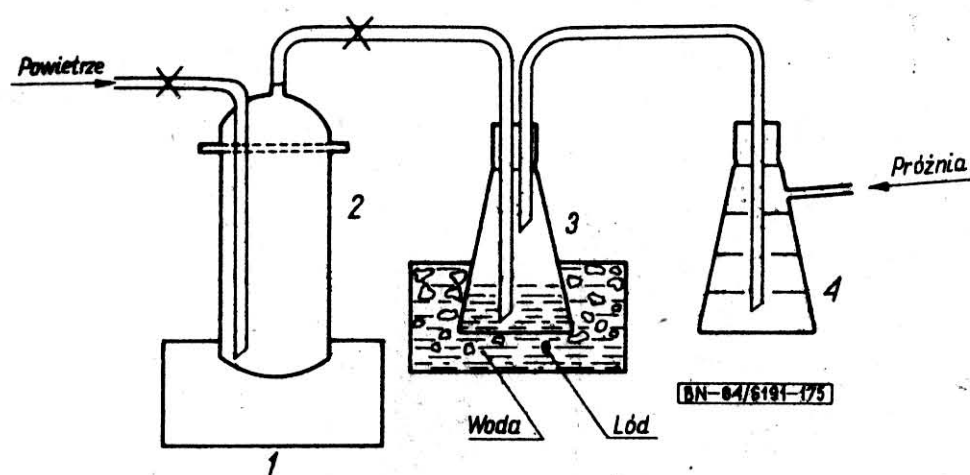
— 5 cm warstwę proszku żelaza lub cienkie wióry,

— 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.

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



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

### 5.3.3.2. 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.
- Proszek miedzi lub tlenek miedzi.
- Węglan sodowy, roztwór 10%(m/m).

**5.3.3.3. Wykonanie oznaczania.** 20,00 g badanego azotanu rtęciowego umieścić w tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym, zważonym do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g. Umieścić w komorze (2) na łaźni piaskowej (1) lub olejowej, lub w piecu elektrycznym.

Zamknąć komorę, podłączyć do zestawu płuczek (3) i (4) 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 do  $95 \div 100\%$ .

Niecałkowicie pochłonięte pary rtęci zostają 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 ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_3}{m_2} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- $m_3$  — masa wyprażonej pozostałości, g,  
 $m_2$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.4. Oznaczanie zawartości soli rtęciowych ( $\text{Hg}^{2+}$ )

#### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,4$  g/ml.
- Kwas solny o  $d(\text{HCl}) = 1,19$  g/ml.
- Roztwór zawierający jony  $\text{Hg}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06503.
- Woda siarkowodorowa świeżo przygotowana wg PN-81/C-06501.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 0,500 g badanego azotanu rtęciowego, drobno rozartego, szybko rozpuścić w 3 ml wody zakwaszonej 2 kroplami kwasu azotowego. Do roztworu dodać 10 ml wody i 1 ml kwasu solnego, mieszaninę dokładnie wymieszać i przesączyć.

Pozostałość na sączku przemyć 5 ml wody, uzupełnić objętość przesączu wodą do 50 ml. Do 20 ml tego

roztworu dodać 10 ml wody siarkowodorowej i rozcieńczyć wodą do 50 ml.

Powstałe zabarwienie w roztworze badanym porównać z odpowiednim zabarwieniem wzorca z serii wzorców przygotowanych równocześnie, a zawierających te same ilości odczynników oraz:

dla gatunku cz.d.a. — 0,2 mg, 0,4 mg, 0,6 mg, 0,8 mg, 1,0 mg  $\text{Hg}^{2+}$ ,

dla gatunku cz. — 1,2 mg, 1,4 mg, 1,6 mg, 1,8 mg, 2,0 mg  $\text{Hg}^{2+}$ .

Zawartość  $\text{Hg}^{2+}$  ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{c \cdot 50 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot m_4} = \frac{c}{4 \cdot m_4} \quad (4)$$

w którym:

$c$  — stężenie  $\text{Hg}^{2+}$  z serii wzorców, odpowiadające zabarwieniu roztworu badanego, mg,

$m_4$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy o  $d(\text{HNO}_3) = 1,4$  g/ml.
- Kwas mrówkowy, roztwór 85%(m/m).
- Amoniak, roztwór 25%(m/m).

Pozostałe odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.

**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 pojemności 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 rozcieńczyć zawartość zlewki wodą do 100 ml i wymieszać (roztwór B). Następnie odsączyć 50 ml roztworu przez sączek uprzednio odmyty od jonów chlorkowych (reakcja z azotanem srebra). 50 ml roztworu B (1 g) przenieść do zlewki 100 ml i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Badany azotan rtęciawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalizacja nie będzie intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{Cl}^-$ ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{Cl}^-$ .

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

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

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 25 ml przesączu (0,5 g) z roztworu B, przygotowanego wg 5.3.5.2, umieścić w zlewce, zubożyć roztworem amoniaku i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany azotan rtęciawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie

i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

### 5.3.7. Oznaczenie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

#### 5.3.7.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z żelazową katodą wnąkową.

#### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas solny o  $d(\text{HCl}) = 1,19$  g/ml.

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

**5.3.7.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczenie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego 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 acetyleny — 1,6 l/min,
- natężenie prądu lampy — 10 mA,
- szerokość szczeliny — 0,1 mm,
- wysokość strefy pomiarowej — 6 mm.

**5.3.7.4. 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 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie żelaza w poszczególnych kolbach powinno wynosić:  $1 \cdot 10^{-6}$ ,  $2 \cdot 10^{-6}$ ,  $4 \cdot 10^{-6}$ ,  $6 \cdot 10^{-6}$ ,  $8 \cdot 10^{-6}$ ,  $1 \cdot 10^{-5}$  g/ml.

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

**5.3.7.5. Wykonanie oznaczania.** Pozostałość po oznaczeniu substancji nielotnych wg 5.3.3.3 rozpuścić w mieszaninie 4 ml kwasu solnego oraz 2 ml kwasu azotowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Otrzymałą pozostałość rozpuścić w 1 ml kwasu solnego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór C). Zmierzyć absorbancję żelaza w przygotowanym roztworze, w warunkach podanych w 5.3.7.3. Zawartość żelaza ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{c_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m_2} \quad (5)$$

w którym:

- $c_1$  — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- $V_1$  — objętość roztworu C próbki, ml,
- $m_2$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.8. Oznaczenie zawartości ołowiu ( $\text{Pb}^{2+}$ )

#### 5.3.8.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z ołowiową katodą wnąkową.

**5.3.8.2. Odczynniki i roztwory.** Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06500, rozcieńczony wodą (10 + 90). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4}$  g  $\text{Pb}^{2+}$ .

**5.3.8.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczenie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Ołów należy oznaczać przy długości fali 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 acetyleny — 1,0 l/min,
- natężenie prądu lampy — 4 mA,
- szerokość szczeliny — 0,1 mm,
- wysokość strefy pomiarowej — 4 mm.

**5.3.8.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do 5 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.

**5.3.8.5. Wykonanie oznaczania.** Zmierzyć absorbancję ołowiu w roztworze C przygotowanym w 5.3.7.5, w warunkach podanych wg 5.3.8.3. Zawartość ołowiu ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{c_2 \cdot V_1 \cdot 100}{m_2} \quad (6)$$

w którym:

- $c_2$  — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- $V_1$  — objętość roztworu C próbki, ml,
- $m_2$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g.

### 5.3.9. Oznaczenie zawartości miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ )

#### 5.3.9.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z miedziową katodą wnąkową.

**5.3.9.2. Odczynniki i roztwory.** Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Cu}^{2+}$ , przygotowany wg PN-81/C-06500, rozcieńczony wodą (1 + 99). 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $\text{Cu}^{2+}$ .

**5.3.9.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczenie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,7 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki po-

miaru 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.

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

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

**5.3.9.5. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 25 ml roztworu C, przygotowany w 5.3.7.5, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór D).

Zmierzyć absorbancję miedzi w tak przygotowanym roztworze, w warunkach podanych w 5.3.9.3. Zawartość miedzi ( $X_6$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{c_3 \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m_2 \cdot V_2} \quad (7)$$

w którym:

- $c_3$  — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- $V_1$  — objętość roztworu C próbki przygotowanej do pomiaru wg 5.3.7.5, ml,
- $V_3$  — objętość roztworu D przygotowanego do pomiaru, ml,
- $m_2$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g,
- $V_2$  — objętość roztworu pobrana z objętości  $V_1$ , ml.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości cynku ( $Zn^{2+}$ )

#### 5.3.10.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z cynkową katodą wnątkową.

#### 5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o  $d(HNO_3) = 1,15$  g/ml.

b) Kwas azotowy, roztwór o  $c(HNO_3) = 0,001$  mol/l.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Zn^{2+}$ , przygotowany w sposób następujący: 1,2446 g  $ZnO$  (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego o  $d(HNO_3) = 1,15$  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  $Zn^{2+}$ .

Roztwór rozcieńczony (1 + 99) roztworem kwasu azotowego o  $c(HNO_3) = 1$  mol/l. 1 ml otrzymanego roztworu zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $Zn^{2+}$ .

**5.3.10.3. Warunki fotometrycznego oznaczania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego 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.

**5.3.10.4. 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 cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o  $c(HNO_3) = 0,001$  mol/l i dokładnie wymieszać.

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

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

**5.3.10.5. Wykonanie oznaczania.** Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze D przygotowanym w 5.3.9.5, w warunkach podanych w 5.3.10.3. Zawartość cynku ( $X_7$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{c_4 \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{m_2 \cdot V_2} \quad (8)$$

w którym:

- $c_4$  — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- $V_1$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru wg 5.3.7.5, ml,
- $V_3$  — objętość roztworu D próbki, przygotowanego do pomiaru w 5.3.9.5, ml,
- $m_2$  — odważka badanego azotanu rtęciowego, g,
- $V_2$  — objętość roztworu pobrano z objętości  $V_1$ , ml.

**5.3.11. Inne metody oznaczania zawartości żelaza i metali ciężkich** — wg 5.3.12 i 5.3.13.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości żelaza wg PN-81/C-04521/03 oraz metali ciężkich jako sumy ołowiu, miedzi i cynku wg PN-80/C-04515.

### 5.3.12. Oznaczanie zawartości żelaza

**5.3.12.1. Odczynniki i roztwory** — przygotowane wg PN-81/C-04521/03 p. 4.

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

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

**5.3.12.4. Wykonanie oznaczania.** 10 ml roztworu C (4 g), przygotowanego wg 5.3.7.5, 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.

Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $Fe^{3+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $Fe^{3+}$ .

### 5.3.13. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (jako $Pb^{2+}$ )

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-80/C-04515 p. 2.3.2.

5.3.13.2. Wykonanie oznaczania. 10 ml roztworu C (4 g), przygotowanego wg 5.3.7.5, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml i wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany azotan rtęciawy 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. — 0,08 mg  $Pb^{2+}$ .

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 PN-56/C-80082

- a) znowelizowano metody badań zawartości substancji nielotnych,
- b) znowelizowano zawartości soli rtęciowych ( $Hg^{2+}$ ),
- c) wprowadzono oznaczanie zawartości chlorków, siarczanów oraz sumy ołowiu, miedzi i cynku.

Dotychczas obowiązująca PN-56/C-80082 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1985 r.

#### 3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich
- 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-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego
- PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-83/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH 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.)

Rozporządzenie Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Obwieszczenie Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 1 września 1972 r. w sprawie zatwierdzenia szczegółowych przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. TiZK nr 26 poz. 115 z 1972 r.)

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

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

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1953 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. oraz nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

Umowa europejska dotycząca międzynarodowego przewozu drogowego towarów niebezpiecznych (ADR). Załącznik do Dz. U. z dnia 30 października 1975 r. nr 35 poz. 189

#### 4. Symbol wg SWW

cz.d.a. 1331-11,  
cz. 1331-42.

5. Autorzy projektu normy — Renata Niewięc, mgr inż. H. Czeplak — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.