

| | | | |
|------------------------------------|---|--|--------------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | N O R M A B R A N Ż O W A | | BN-90 |
| | Odczynniki Ciecze probiercze dla złota | | 6191-188 |
| | | | Zamiast BN-63/6014-01 |
| | | | Grupa katalogowa 1051 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są ciecze probiercze, mające zastosowanie w przybliżonych metodach oznaczania zawartości złota w stopach.

1.2. Nazwy i określenia

a) ciecz probiercza — mieszanina kwasów mineralnych, kwasów i soli lub ich wodne roztwory.

b) próba złota — zawartość złota w stopie wyrażona w częściach tysięcznych.

1.3. Zakres stosowania. Ciecze probiercze stosuje się do badania złota w stopach.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje cieczy probierczych. Rozróżnia się siedem cieczy probierczych oznaczonych kolejnymi numerami 1 ÷ 7 podanymi w tabl. 1.

Tablica 1

| Nr cieczy probierczej | Próby złota w stopach | |
|-----------------------|-----------------------|-------|
| | od | do |
| 1 | 0,200 | 0,400 |
| 2 | 0,401 | 0,500 |
| 3 | 0,501 | 0,600 |
| 4 | 0,601 | 0,700 |
| 5 | 0,701 | 0,800 |
| 6 | 0,801 | 0,900 |
| 7 | 0,901 | 0,986 |

2.2. Skład cieczy probierczej

2.2.1. Ciecz probiercza nr 1 jest mieszaniną:

- a) kwasu azotowego $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$,
b) wody destylowanej
w stosunku objętościowym 1+1.

2.2.2. Ciecz probiercza nr 2

- a) Kwas azotowy o $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.

2.2.3. Ciecz probiercza nr 3 jest mieszaniną:

- a) 2,50 ml kwasu solnego $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$,
b) 18 g złota o próbie 0,999 w postaci kwasu chloro-złotawego,

c) woda destylowana do objętości 1 l.

2.2.4. Ciecz probiercza nr 4 jest mieszaniną:

- a) kwasu solnego $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$,
b) kwasu azotowego $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$,
c) wody destylowanej
w stosunku objętościowym 1+50+75.

2.2.5. Ciecz probiercza nr 5 jest mieszaniną:

- a) kwasu solnego $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$,
b) kwasu azotowego $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$,
c) wody destylowanej
w stosunku objętościowym 1+40+15.

2.2.6. Ciecz probiercza nr 6 jest mieszaniną:

- a) kwasu solnego $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$,
b) kwasu azotowego $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$
w stosunku objętościowym 1+20.

2.2.7. Ciecz probiercza nr 7 jest mieszaniną

- a) kwasu solnego $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$,
b) kwasu azotowego $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$,
c) wody destylowanej
w stosunku objętościowym 4+3+1.

2.3. Przykład oznaczania cieczy probierczej do oznaczania złota:

CIECZ PROBIERCZA DLA ZŁOTA BN-90/6191-188

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Ciecze probiercze dla złota powinny być przezroczystymi roztworami o odczynie silnie kwaśnym.

3.2. Wymagania szczegółowe i chemiczne — wg tabl. 2.

Tablica 2

| Lp. | Wymagania | Nr cieczy probierczej | Zawartość g/10 ml |
|-----|---|-----------------------|-------------------|
| 1 | Kwasu azotowego (HNO_3), w granicach | 1 | 4,30 ÷ 4,80 |
| 2 | Kwasu azotowego (HNO_3), w granicach | 2 | 8,80 ÷ 9,30 |

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 27 kwietnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1990, poz. 21)

cd. tabl. 2

| Lp. | Wymagania | Nr cieczy probierczej | Zawartość g/10 ml |
|-----|--|-----------------------|------------------------------|
| 3 | a) Kwasu solnego (HCl), w granicach b) Złota (Au), w granicach | 3 | 0,05 ÷ 0,08 0,171 ÷ 0,189 |
| 4 | a) Kwasu azotowego (HNO ₃), w granicach b) Kwasu solnego (HCl), w granicach | 4 | 3,40 ÷ 3,80 0,032 ÷ 0,035 |
| 5 | a) Kwasu azotowego (HNO ₃), w granicach b) Kwasu solnego (HCl), w granicach | 5 | 6,20 ÷ 6,80 0,072 ÷ 0,079 |
| 6 | a) Kwasu azotowego (HNO ₃), w granicach b) Kwasu solnego (HCl), w granicach | 6 | 8,40 ÷ 8,80 0,16 ÷ 0,20 |
| 7 | a) Kwasu azotowego (HNO ₃), w granicach b) Kwasu solnego (HCl), w granicach | 7 | 3,22 ÷ 3,56 2,00 ÷ 2,23 |

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Ciecze probiercze należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią butelki typu LB-5 ze szkła oranżowego zgodnie z BN-83/6831-53, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego, zakończonymi nasadką z nakraplaczem.

Masa netto: 10 ml.

Opakowanie zbiorcze stanowią pudełka tekturowe zgodnie z PN-73/O-79401. 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.

4.2.2. Opakowania transportowe. Skrzynki drewniane wg BN-63/7161-06 zamknięte, odporne na narażenia mechaniczne i sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z PN-89/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając dodatkowo napisy:

a) „Ostrożnie środek szkodliwy“, Wykaz B M.Z. i O.S.

b) Znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących zgodnie z RID/ADR klasa 8.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001, umieszczając dodatkowo:

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

— dopuszczalną liczbę warstw ładowania,

— znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących, zgodnie z przepisami transportowymi wg klasy nr 8 „Materiał żrący“.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach skrzyniowych wg PN-82/M-78200.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem i deformacją tak, aby tworzył zwartą i stabilną jednostkę ładunkową wraz z paletą i miał wysokość nie więcej niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Ciecze probiercze należy przechowywać w pomieszczeniach suchych o zawartości wilgoci poniżej 50% zgodnie z PN-87/C-80001 w temperaturze od 18 ÷ 20°C.

Chronić przed działaniem promieni słonecznych, kurzem i zanieczyszczeniami organicznymi.

Dopuszczalna liczba warstw składowania: dla palet skrzyniowych — 3 warstwy.

Okres gwarancji dla cieczy probierczej nr 1 i 2 wynosi 12 miesięcy, dla cieczy probierczej nr 3 — dwa lata, a dla cieczy probierczej nr 4, 5, 6 i 7 — 6 miesięcy.

4.5. Transport. Ciecze probiercze dla złota są zaliczane do materiałów niebezpiecznych kl. 8 RID/ADR i należy przewozić je krytymi środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi dla materiałów niebezpiecznych w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) (tabl. 2 lp. 1),

b) oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) (tabl. 2 lp. 2),

c) oznaczanie zawartości kwasu solnego (HCl) (tabl. 2 lp. 3a),

d) oznaczanie zawartości złota (Au) (tabl. 2 lp. 3b),

e) oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) (tabl. 2 lp. 4a),

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

f) oznaczanie zawartości kwasu solnego (HCl) (tabl. 2 lp. 4b),

g) oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) (tabl. 2 lp. 5a),

h) oznaczanie zawartości kwasu solnego (HCl) (tabl. 2 lp. 5b),

i) oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) (tabl. 2 lp. 6a),

j) oznaczanie zawartości kwasu solnego (HCl) (tabl. 2 lp. 6b),

k) oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) (tabl. 2 lp. 7a),

l) oznaczanie zawartości kwasu solnego (HCl) (tabl. 2 lp. 7b).

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 30 ml.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wymagania ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynnik cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub o równoważnej czystości.

5.3.2. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) w cieczy probierczej nr 1

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Oranż metylowy, wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 5,0 ml badanej cieczy probierczej pobrać pipetą i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 50 ml roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 ml wody, dwie krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany różowego zabarwienia w żółte.

Zawartość kwasu azotowego (X) obliczyć w g/10 ml wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,063013 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 50} = V \cdot 0,25205 \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, ml,
0,063013 — ilość kwasu azotowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ g.

5.3.2.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,025 g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) w cieczy probierczej nr 2

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory — wg 5.3.2.1.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 5,0 ml badanej cieczy probierczej pobrać pipetą i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski

i wymieszać. 25,0 ml roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 ml wody, dwie krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany różowego zabarwienia w żółte.

Zawartość kwasu azotowego (X_1) obliczyć w g/10 ml wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,063013 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 25} = V_1 \cdot 0,5041 \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$, ml,
0,063013 — ilość kwasu azotowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ g.

5.3.3.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,05 g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości kwasu solnego (HCl) w cieczy probierczej nr 3a)

5.3.4.1. Aparatura i przyrządy

a) Pehametr.

b) Elektrody: szklana i kalomelowa połączona z pehametrem przez mostek lub kombinowaną wg Ag/AgCl.

c) Mieszadło elektromagnetyczne z regulacją obrotów.

d) Biureta pojemności 50 ml.

e) Mieszadło magnetyczne.

5.3.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy o pH-4 przygotować w następujący sposób: 2,5537 g kwaśnego ftalanu potasowego wg Sörensena rozpuścić w 100 ml wody, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Dopuszcza się stosowanie buforu handlowego.

b) Wodorotlenek potasowy roztwór mianowany $c(\text{KOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. Sprawdzić wskazania pehametru na roztwór buforowy przygotowany wg 5.3.4.2a) lub na roztwór buforowy handlowy. Zmontować zestaw do miareczkowania potencjometrycznego.

Pobrać pipetą 10,0 ml badanej cieczy probierczej i przenieść do zlewki o pojemności 250 ml, rozcieńczyć wodą do 100 ml objętości.

Do roztworu włożyć mieszadło magnetyczne, umieścić zlewkę na mieszadle elektromagnetycznym, uregulować jego obroty i miareczkować badaną próbkę roztworem wodorotlenku potasowego, dozując w porcjach od 1 ml do 0,05 ml.

Objętość jednorazowo dodanego roztworu wodorotlenku potasowego dobrać tak, aby zmiana pH roztworu miareczkowanego, powodowana tym dodatkiem, nie przekraczała 0,5 jednostki pH. Po dodaniu każdej kolejnej porcji roztworu wodorotlenku potasowego, odczekać na ustalenie pehametru i odczytać pH. Wskazania pehametru przyjąć jako stałe, jeżeli wskazówka

przyrządu pomiarowego nie przemieszcza się w ciągu 30 s o więcej niż 0,1 pH.

Miareczkowanie prowadzić do pH = 4,3.

Badaną ciecz probierczą, po zmiareczkowaniu kwasu solnego, zachować do oznaczania złota wg 5.3.2.3.

Zawartość kwasu solnego (X_2) obliczyć w g/10 ml wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot 0,003646 \cdot 100}{10} = V_2 \cdot 0,003646 \quad (3)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu wodorotlenku potasowego o $c(\text{KOH}) = 0,1000$ mol/l, ml,

0,003646 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego o $c(\text{KOH}) = 0,1000$ mol/l, g.

5.3.4.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się o więcej niż 0,005.

5.3.5. Oznaczanie zawartości złota (Au) w cieczy probierczej nr 3b)

5.3.5.1. Aparatura i materiały pomocnicze

a) Eksykator wypełniony świeżym żelem krzemionkowym.

b) Sączki twarde o średnicy 9 cm pochodzące z partii, dla których wyznaczono zawartość popiołu w sączku.

c) Tygłe porcelanowe o wymiarach: średnica 30 mm wysokość 25 mm, o zbliżonej stałej masie, wyprażone w ciągu 2 h w temperaturze 800°C i zważone po 60 min studzenia w eksykatorze nad żelem krzemionkowym.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l i 0,01 mol/l.

b) Kwas szczawiowy, roztwór 10%(m/m).

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. Do roztworu badanej cieczy probierczej, pozostałej po zmiareczkowaniu kwasu solnego, wg 5.3.4.3 dodać 10 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l, zagotować do wrzenia i ciągle mieszając dodać 30 ml roztworu kwasu szczawiowego.

Otrzymany zredukowany osad złota ogrzewać pod przykryciem na łaźni wodnej przez 3 h, po czym odstawić do następnego dnia.

Roztwór z osadem złota przesączyć przez gęsty sączek. Osad (złota) przenieść na sączek z kwasem solnym o $c(\text{HCl}) = 0,01$ mol/l, a zlewkę (w której zredukowano złoto) starannie wytrzeć małymi skrawkami bibuły i umieścić je w sączku z osadem złota.

Sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym o stałej masie, suszyć i prażyć w temperaturze od 200°C do 800°C. Po osiągnięciu 800°C, prażyć w tej temperaturze przez 30 min.

Tygiel ostudzić w eksykatorze nad żelem krzemionkowym przez 60 min, a następnie zważyć.

Zawartość złota (X_3) obliczyć w g/10 ml wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot 10}{10} = a \quad (4)$$

w którym a — masa złota otrzymana po wyprażeniu, g.

5.3.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej trzech oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,001 g.

5.3.6. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO_3) oraz kwasu solnego (HCl) w cieczy probierczej nr 4 a) i b) wg tabl. 2.

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra, roztwór mianowany o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol, przygotowany wg PN-81/C-04530/03.

b) Chromian sodowy, roztwór 10%(m/m).

c) Oranż metylowy, wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany $c(\text{NaOH}) = 1,000$ mol/l, przygotowany wg PN-81/C-04530/01.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczeń. Do kolby pomiarowej 100 ml pobrać pipetą 5,0 ml badanej cieczy probierczej, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Z otrzymanego roztworu pobrać pipetą 50 ml do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 ml wody, dwie krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego 5.3.6.1d) do zmiany różowego zabarwienia w żółte. (Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu wodorotlenku sodowego (V_3)).

Następnie do pozostałego po zmiareczkowaniu jw. roztworu dodać 0,5 ÷ 1 ml roztworu chromianu sodowego wg 5.3.6.1b) i miareczkować roztworem azotanu srebra wg 5.3.6.1a) do pierwszej zmiany żółtego zabarwienia roztworu w brunatne. Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu azotanu srebra (V_4).

5.3.6.3. Obliczanie wyników oznaczeń. Zawartość kwasu azotowego (X_4) oraz zawartość kwasu solnego (X_5) obliczyć w g/10 ml wg wzorów:

$$X_4 = \frac{\left(V_3 - \frac{V_4}{10}\right) \cdot 0,063013 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 50} = \left(V_3 - \frac{V_4}{10}\right) \cdot 0,25205 \quad (4)$$

$$X_5 = \frac{V_4 \cdot 0,003646 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 50} = V_4 \cdot 0,01458 \quad (5)$$

w których:

V_3 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000$ mol/l, zużytego do miareczkowania kwasu azotowego i kwasu solnego, ml,

V_4 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000$ mol/l, ml,

0,063013 — ilość kwasu azotowego, odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000$ mol/l g,

0,003646 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000$ mol/l, g.

5.3.6.4. Wynik końcowy oznaczeń. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się więcej niż:

- dla kwasu azotowego o 0,01 g,
- dla kwasu solnego o 0,0015 g.

5.3.7. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) oraz kwasu solnego (HCl) w cieczy probierczej nr 5 a) i b) wg tabl. 2.

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg 5.3.6.1.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczeń. Do kolby pomiarowej 100 ml pobrać pipetą 5,0 ml cieczy probierczej, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 50,0 ml roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 ml wody, dwie krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wg 5.3.6.1d) (do zmiany różowego zabarwienia w żółte). Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu wodorotlenku sodowego (V_5). Następnie do pozostałego po zmiareczkowaniu jw. roztworu dodać 0,5 ÷ 1 ml roztworu chromianu sodowego wg 5.3.6.1b) i miareczkować roztworem azotanu srebra wg 5.3.6.1a) do pierwszej zmiany żółtego zabarwienia roztworu w brunatne. Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu azotanu srebra (V_6).

5.3.7.3. Obliczanie wyników oznaczeń. Zawartość kwasu azotowego (X_6) oraz kwasu solnego (X_7) obliczyć w g/10 ml wg wzorów:

$$X_6 = \frac{(V_5 - \frac{V_6}{10}) \cdot 0,063013 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 50} =$$

$$= (V_5 - \frac{V_6}{10}) \cdot 0,25205 \quad (6)$$

$$X_7 = \frac{V_6 \cdot 0,003646 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 50} = V_6 \cdot 0,01458 \quad (7)$$

w których:

- V_5 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania kwasu azotowego i kwasu solnego, ml,
- V_6 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, ml,
- 0,063013 — ilość kwasu azotowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, g,
- 0,003646 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.7.4. Wynik końcowy oznaczeń. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż:

- dla kwasu azotowego — 0,025 g,
- dla kwasu solnego — 0,0015 g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) oraz kwasu solnego (HCl) w cieczy probierczej nr 6 a) i b) wg tabl. 2.

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg 5.3.6.1.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczeń. Do kolby pomiarowej 100 ml pobrać pipetą 5,0 ml badanej cieczy probierczej, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Z otrzymanego roztworu pobrać pipetą 25,0 ml do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 ml wody, dwie krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wg 5.3.6.1d) (do zmiany różowego zabarwienia w żółte). Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu wodorotlenku sodowego (V_7).

Następnie do pozostałego po zmiareczkowaniu jw. roztworu dodać 0,5 ÷ 1 ml chromianu sodowego 5.3.6.1b) i miareczkować roztworem azotanu srebra wg 5.3.6.1a) do pierwszej zmiany żółtego zabarwienia roztworu w brunatne. Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu azotanu srebra (V_8).

5.3.8.3. Obliczanie wyników oznaczeń. Zawartość kwasu azotowego (X_8) oraz kwasu solnego (X_9) obliczyć w g/10 ml wg wzorów:

$$X_8 = \frac{(V_7 - \frac{V_8}{10}) \cdot 0,063013 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 25} =$$

$$= (V_7 - \frac{V_8}{10}) \cdot 0,5041 \quad (8)$$

$$X_9 = \frac{V_8 \cdot 0,003646 \cdot 100 \cdot 10}{5 \cdot 250} = V_8 \cdot 0,029178 \quad (9)$$

w których:

- V_7 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania kwasu azotowego i kwasu solnego, ml,
- V_8 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, ml,
- 0,063013 — ilość kwasu azotowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, g,
- 0,003646 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.8.4. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż:

- dla kwasu azotowego — 0,05 g,
- dla kwasu solnego — 0,003 g.

5.3.9. Oznaczanie zawartości kwasu azotowego (HNO₃) oraz kwasu solnego (HCl) w cieczy probierczej nr 7 a) i b) wg tabl. 2.

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg 5.3.6.1 oraz wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczeń. Do kolby pomiarowej 200 ml pobrać pipetą 5,0 ml badanej cieczy probierczej, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Z otrzymanego roztworu pobrać pipetą 10,0 ml do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 90 ml wody, dwie krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wg 5.3.9.1 (do zmiany różowego zabarwienia w żółte).

Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu wodorotlenku sodowego (V_9).

Następnie do pozostałego po miareczkowaniu jw. roztworu, dodać $0,5 \div 1$ ml chromianu sodowego wg 5.3.6.1b) i miareczkować roztworem azotanu srebra wg 5.3.6.1a), do pierwszej zmiany żółtego zabarwienia roztworu w brunatne. Zanotować objętość zużytego na miareczkowanie roztworu azotanu srebra (V_{10}).

5.3.9.3. Obliczanie wyników oznaczeń. Zawartość kwasu azotowego (X_{10}) oraz kwasu solnego (X_{11}) obliczyć w g/10 ml wg wzorów:

$$X_{10} = \frac{(V_9 - V_{10}) \cdot 0,0063013 \cdot 200 \cdot 10}{5 \cdot 10} = (V_9 - V_{10}) \cdot 0,025205 \quad (10)$$

$$X_{11} = \frac{V_{10} \cdot 0,003646 \cdot 200 \cdot 10}{5 \cdot 10} = V_{10} \cdot 0,1458 \quad (11)$$

w których:

V_9 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1000$ mol/l, zużyta do miareczkowania kwasu azotowego i kwasu solnego, ml,

V_{10} — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000$ mol/l, ml,

0,0063013 — ilość kwasu azotowego, odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1000$ ml,

0,003646 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1000$ mol/l, g.

5.3.9.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż:

dla kwasu azotowego — 0,025 g,

dla kwasu solnego — 0,015 g.

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-63/6014-01

Wprowadzono metody badań składu cieczy probierczych

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-81/C-04530/03 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach strąceniowych

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

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-82/M-78200 Palety ładunkowe. Nazwy i określenia, podział i oznaczenie

PN-73/O-79401 Opakowania jednostkowe kartonowe i tekturowe. Pudełka

PN-89/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

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

BN-83/6831-53 Opakowania szklane leków. Butelki typu LB-5

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.)

Ustawa z dnia 1 lutego 1983 r. Prawo o ruchu drogowym (Dz. U. nr 6, poz. 35)

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

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami materiałów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTIF) (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

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.)

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

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z 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

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu (Dz. U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

Ustawa z dnia 21 maja 1963 r. o substancjach trujących (Dz. U. nr 22, poz. 116 z 1963 r.)

Rozporządzenie MZiOS z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbol wg SWW — 1331-11.

5. Autorzy projektu normy — Zofia Kołodziej, inż. Jadwiga Mateusiak.