

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-87
	Odczynniki		6191-10
	Kwas siarkowy dymiący		Zamiast BN-64/6191-10
	— oleum		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas siarkowy dymiący — oleum, stosowany jako odczynnik chemiczny. Jest to substancja należąca do grupy materiałów żrących.

1.2. Zakres stosowania normy. W normie ustala się wymagania techniczne, metody badań, pakowanie i znakowanie.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości głównego składnika oraz zanieczyszczeń, wyróżnia się następujące gatunki kwasu siarkowego dymiącego — oleum:

- oleum 65% cz.d.a.,
- oleum 25% cz.d.a.,
- oleum 65% cz.,
- oleum 25% cz.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu siarkowego dymiącego — oleum 65% czystego:

KWAS SIARKOWY DYMIĄCY — OLEUM 65% cz. BN-87/6191-10

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas siarkowy dymiący — oleum powinien być cieczą oleistą, bezbarwną lub lekko żółtą, przezroczystą wydzielającą na powietrzu SO₃.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki			
	Oleum 25%		Oleum 65%	
	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość wolnego trójtlenku siarki (SO ₃), %(<i>m/m</i>), nie mniej niż	20	20	60	60
b) Pozostałość po prażeniu, %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,002	0,005	0,005	0,006
c) Żelaza (Fe ³⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,0006	0,0008

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki			
	Oleum 25%		Oleum 65%	
	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz.
d) Chlorków (Cl ⁻), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,0004	0,0005
e) Substancji redukujących, KMnO ₄ (jako SO ₂), %(<i>m/m</i>),	0,002	0,002	0,003	0,004
f) Metali ciężkich (jako Pb ²⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0003	0,0005	0,0003	0,0005
g) Arsenu (As), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,000003	0,00001	0,000003	0,00001
h) Azotanów (NO ₃ ⁻), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0001	0,0005	0,0001	0,0005
i) Soli amonowych (NH ₄ ⁺), %(<i>m/m</i>), nie więcej niż	0,0003	0,001	0,0003	0,001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Kwas siarkowy dymiący — oleum należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 i obowiązującymi przepisami transportowymi dla materiałów niebezpiecznych¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią butelki szklane pojemności 1 l wg PN-76/O-79561, zamykane korkiem z podkładką teflonową i nakrętką, wykonanymi z polietylenu.

Masa netto 1 kg.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi Rozporządzeniami MZiOŚ¹⁾.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Toruńskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego POLCHEM w Toruniu
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 kwietnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1987, poz. 25)

Na etykiecie należy umieścić kl. 8 RID/ADR napis „Żrące” i znak dla materiałów żrących wg PN-70/C-80001 oraz napis „Ostrożnie środek szkodliwy”. Substancja należy do „Wykazu B” MZiOS.

4.2.3. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tworzyw sztucznych wg BN-74/6411-04, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100.

Dopuszczalna ilość warstw składowania: 1.

Dopuszczalna ilość warstw ładowania: 1.

W skrzynkach z tworzyw sztucznych są ustawiane butelki po 12 sztuk w jednej skrzynce, następnie zasypywane są piaskiem do 1/3 wysokości butelki.

Opakowania do celów transportowych powinny być zgodne z obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Po uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się stosowanie innych rodzajów i wielkości opakowań jednostkowych i transportowych pod warunkiem, że zabezpieczą one produkt w stopniu co najmniej równym, jak wymienione wyżej oraz ich wielkości będą zgodne z zasadami sytemu wymiarowego wg PN-78/O-79021.

W przypadku stosowania paletyzacji opakowania transportowe należy formować na paletach 800×1200-EUR wg PN-81/M-78216.

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową, o wysokości nie więcej niż 1750 mm.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych dotyczące informacji ogólnych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001.

Poza tym na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić co najmniej:

— znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.4,

— dopuszczalną liczbę warstw składowania i ładowania zgodnie z 4.2.3,

— liczbę opakowań jednostkowych,

— znaki niebezpieczeństwa zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi dla materiałów niebezpiecznych¹⁾ nalepkę wg wzoru nr 8 „Materiały żrące” i nalepkę wg wzoru 6.1. „Materiały trujące” wg RID/ADR.

4.3. Przechowywanie. Kwas siarkowy dymiący — oleum przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach.

Chronić przed bezpośrednio padającym światłem słonecznym.

Dopuszczalna liczba warstw składowania: 1.

Okres gwarancji: 2 lata.

4.4. Transport. Kwas siarkowy dymiący — oleum należy do materiałów niebezpiecznych klasy 8 p. 1a wg RID/ADR¹⁾.

Produkt należy przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z przepisami dotyczącymi przewozu ma-

teriałów niebezpiecznych¹⁾ oraz w zakresie nieregulowanym tymi przepisami zgodnie z PN-70/C-80001.

Wagony względnie samochody powinny być zaopatrzone w znaki manipulacyjne, a samochody — dodatkowo z dwóch stron — w tablice ostrzegawcze dotyczące grupy materiałów niebezpiecznych oraz mieć potwierdzenie o dopuszczeniu do eksploatacji.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaj badania	Wymagania wg
a) Oznaczanie zawartości wolnego trójtlenku siarki	(3.2a)
b) Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu	(3.2b)
c) Oznaczanie zawartości żelaza	(3.2c)
d) Oznaczanie zawartości chlorków	(3.2d)
e) Oznaczanie substancji redukujących	(3.2e)
f) Oznaczanie zawartości metali ciężkich	(3.2f)
g) Oznaczanie zawartości arsenu	(3.2g)
h) Oznaczanie zawartości azotanów	(3.2h)
i) Oznaczanie zawartości soli amonowych	(3.2i)

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Próbki należy pobierać wg PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1,5 kg.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości. Przy prowadzeniu badań powinny być spełnione wymagania wg PN-81/C-01055.

5.3.2. Oznaczanie zawartości wolnego trójtlenku siarki

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Oranż metylowy, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 0,5000 \text{ mol/l}$.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Ampułkę szklaną pojemności 2÷3 ml z długim końcem kapilarnym zważyć z dokładnością do 0,0002 g, ogrzać nad płomieniem i zanurzyć kapilarnym końcem w badanej cieczy. Po napełnieniu ampułki, w ilości około 1 g, końce ampułki zatopić i zważyć ją powtórnie.

Następnie włożyć ampułkę do słoika pojemności 400 ml z doszlifowanym korkiem, zawierającym około 150 ml wody i kilka kulek szklanych. Słoik zamknąć korkiem, ampułkę rozbić przez energiczne wstrząsanie słoikiem. Wstrząsać tak długo aż wydzielone pary zostaną całkowicie zaabsorbowane. Następnie szklanym

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

pręcikiem rozkruszyć ampułkę i spłukać wodą korek, pręcik i szyjkę słoika. Otrzymany roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec 2÷3 kropel oranżu metylowego do zmiany barwy na żółtą.

5.3.2.3. Obliczanie wyników. Zawartość trójtlenku siarki obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0200165 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 2,00165}{m} \quad (1)$$

gdzie:

V — objętość wodorotlenku sodowego o stężeniu $c(\text{NaOH}) = 0,5000 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanej próbki, g,

0,0200165 — ilość trójtlenku siarki odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,5000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 0,1% wyniku niższego. Zawartość procentową wolnego trójtlenku siarki (X_2) odczytać z tabl. 3.

Tablica 3

Zawartość SO_3 (% wag.)					
całkowitego	wolnego	całkowitego	wolnego	całkowitego	wolnego
81,63	0,0	85,1	18,9	88,6	37,9
81,7	0,4	85,2	19,4	88,7	38,5
81,8	0,9	85,3	20,0	88,8	39,0
81,9	1,5	85,4	20,5	88,9	39,6
82,0	2,0	85,5	21,0	89,0	40,1
82,1	2,6	85,6	21,6	89,1	40,6
82,2	3,1	85,7	22,2	89,2	41,2
82,3	3,6	85,8	22,7	89,3	41,7
82,4	4,2	85,9	23,2	89,4	42,3
82,5	4,7	86,0	23,8	89,5	42,8
82,6	5,3	86,1	24,3	89,6	43,4
82,7	5,8	86,2	24,9	89,7	43,9
82,8	6,4	86,3	25,3	89,8	44,5
82,9	6,9	86,4	26,0	89,9	45,0
83,0	7,5	86,5	26,5	90,0	45,6
83,1	8,0	86,6	27,0	90,1	46,1
83,2	8,5	86,7	27,6	90,2	46,6
83,3	9,1	86,8	28,1	90,3	47,2
83,4	9,6	86,9	28,7	90,4	47,7
83,5	10,2	87,0	29,2	90,5	48,3
83,6	10,7	87,1	29,8	90,6	48,8
83,7	11,3	87,2	30,3	90,7	49,4
83,8	11,8	87,3	30,9	90,8	49,9
83,9	12,3	87,4	31,4	90,9	50,5
84,0	12,9	87,5	31,9	91,0	51,0
84,1	13,4	87,6	32,5	91,1	51,6
84,2	14,0	87,7	33,0	91,2	52,1
84,3	14,5	87,8	33,6	91,3	52,6
84,4	15,1	88,0	34,1	91,4	53,2
84,5	15,6	88,0	34,7	91,5	53,7
84,6	16,2	88,1	35,2	91,6	54,3
84,7	16,7	88,2	35,8	91,7	54,8
84,8	17,2	88,3	36,3	91,8	55,4
84,9	17,8	88,4	36,8	91,9	55,9
85,0	18,3	88,5	37,4	92,0	56,4

cd. tabl. 3

Zawartość SO_3 (% wag.)					
całkowitego	wolnego	całkowitego	wolnego	całkowitego	wolnego
92,1	57,0	94,8	71,7	97,4	85,8
92,2	57,5	94,9	72,2	97,5	86,4
92,3	58,1	95,0	72,8	97,6	86,9
92,4	58,6	95,1	73,3	97,7	86,5
92,5	59,2	95,2	73,9	97,8	88,0
92,6	59,7	95,3	74,4	97,9	88,6
92,7	60,3	95,4	75,0	98,0	89,1
92,8	60,8	95,5	75,5	98,1	89,7
92,9	61,3	95,6	76,1	98,2	90,2
93,0	61,9	95,7	76,7	98,3	90,7
93,1	62,4	95,8	77,1	98,4	91,3
93,2	63,0	95,9	77,7	98,5	91,8
93,3	63,5	96,0	78,3	98,6	92,4
93,4	64,1	96,1	78,8	98,7	92,9
93,5	64,6	96,2	79,3	98,8	93,5
93,6	65,2	96,3	79,9	98,9	94,0
93,7	65,7	96,4	80,4	99,0	94,6
93,8	66,2	96,5	81,0	99,1	95,1
93,9	66,8	96,6	81,5	99,2	95,6
94,0	67,3	96,7	82,0	99,3	96,2
94,1	67,9	96,8	82,6	99,4	96,7
94,2	68,4	96,9	83,1	99,5	97,3
94,3	69,0	97,0	83,7	99,6	97,8
94,4	69,5	97,1	84,2	99,7	98,4
94,5	70,1	97,2	84,8	99,8	98,9
94,6	70,6	97,3	85,3	99,9	99,5
94,7	71,2				

Zawartości wolnego trójtlenku siarki (X_2) oblicza się w procentach wg wzoru

$$X_2 = 100 - \frac{(100 - X_1) \cdot 98,08}{18,02} \quad (2)$$

w którym:

X_1 — całkowita zawartość trójtlenku siarki, %,

98,08 — masa molowa H_2SO_4 g/mol,

18,02 — masa molowa wody, g/mol.

5.3.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu

5.3.3.1. Wykonanie oznaczania 50 g badanej próbki oleum odważyć z dokładnością do 0,01 g odparować do sucha, do zaniku białych dymów SO_3 w parownicy platynowej uprzednio wyprażonej, w temperaturze 800°C w ciągu 15 min i zważonej z dokładnością do 0,0001 g.

Następnie osad prażyć w temperaturze 800°C i zważyć z dokładnością do 0,0001 g. Osad należy zachować do dalszych oznaczeń.

Zawartość pozostałości po wyprażeniu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa pozostałości po wyprażeniu, g,

m — odważka badanej próbki oleum, g.

5.3.3.2. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku niższego.

5.3.4. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.4.1. Aparatura, przyrządy i materiały

a) Spektrofotometr lub fotokolorymetr.

b) Kuwety o grubości warstwy 50 mm dla roztworów zawierających $0,002 \div 0,05$ mg Fe.

c) Kuwety o grubości warstwy 10 mm dla roztworów zawierających $0,05 \div 0,5$ mg Fe.

5.3.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak roztwór 10%(m/m).

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy roztwór 10%(m/m).

c) 2,2'-dwupirydył roztwór przygotowany wg PN-81/C-04521/02 p. 4.

d) Kwas cytrynowy roztwór 30%(m/m).

e) Kwas solny roztwór 25%(m/m).

f) Roztwór roboczy wzorcowy żelaza (Fe^{3+}) zawierający 0,01 mg Fe^{3+} w 1 ml roztworu.

g) Roztwór podstawowy żelaza (Fe^{3+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75.

5.3.4.3. Sposób przygotowania skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-81/C-04521/02 p. 6 z użyciem roztworu wzorcowego roboczego żelaza I oraz chlorowodoru hydroksyloaminy.

5.3.4.4. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po prażeniu wg 5.3.3 rozpuścić w 5 ml roztworu kwasu solnego.

Oznaczanie zawartości żelaza wykonać wg PN-81/C-04521/02 p. 7.

Zawartość żelaza (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} = \frac{(C_1 - C_2) \cdot 50}{m \cdot V} \quad (4)$$

w którym:

C_1 — zawartość żelaza w badanej próbce odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

C_2 — zawartość żelaza, w ślepej próbce odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka badanego oleum, g,

V — objętość badanego roztworu pobranego do oznaczania, ml.

5.3.4.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku niższego.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l.

b) Kwas azotawy roztwór 25%(m/m).

c) Roztwór wzorcowy zawierający Cl^- przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.17 i rozcieńczony 1+99.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 20 g badanego kwasu siarkowego dymiącego — oleum, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 ml zawierającej 50 l wody, po uprzednim jej zanurzeniu w wodzie z lodem. Dalej oznaczanie wykonywać wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Badany kwas odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalescencja badanego roztworu po upływie 15 min nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie

i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla oleum 25% cz.d.a. — 0,040 mg Cl^- ,

dla oleum 25% cz. — 0,100 mg Cl^- ,

dla oleum 65% cz.d.a. — 0,080 mg Cl^- ,

dla oleum 65% cz. — 0,100 mg Cl^- .

5.3.6. Oznaczanie zawartości substancji redukujących KMnO_4 (jako SO_2)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory. Nadmanganian potasowy, roztwór świeżo przygotowany o $c(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0,01$ mol/l.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 20 g kwasu siarkowego dymiącego oleum odważonego z dokładnością do 0,01 g wlać ostrożnie do kolby stożkowej zawierającej 60 ml wody. Po ostudzeniu, dodać z mikrobiurety roztwór nadmanganianu potasowego w następujących ilościach:

dla oleum 25% cz.d.a. — 1,3 ml KMnO_4 ,

dla oleum 25% cz. — 1,3 ml KMnO_4 ,

dla oleum 65% cz.d.a. — 2,0 ml KMnO_4 ,

dla oleum 65% cz. — 2,7 ml KMnO_4 .

Badany kwas siarkowy dymiący — oleum odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe różowe zabarwienie nie zniknie całkowicie po upływie 5 min.

5.3.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

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

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Do oznaczania wykorzystać pozostałość po prażeniu. Oznaczanie wykonać wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3. Badane oleum odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla oleum 25% cz.d.a. i oleum 65% cz.d.a. — 0,06 mg Pb^{2+} ,

dla oleum 25% cz. i oleum 65% cz. — 0,1 mg Pb^{2+} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości arsenu

5.3.8.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz roztwór porównawczy, przygotowany w następujący sposób: w kolbie aparatu do oznaczania arsenu umieścić

— dla oleum 25% cz.d.a. i oleum 65% cz.d.a. — 0,0003 mg As,

— dla oleum 25% cz. i oleum 65% cz. — 0,001 mg As,

uzupełnić wodą do objętości 30 ml, dodać 6 ml badanego oleum, wymieszać i ochłodzić. Następnie dodać 0,5 ml roztworu chlorku cynawego, 5 g cynku, szybko zamknąć kolbę aparatu korkiem i nasadką, ostrożnie wymieszać ruchem obrotowym i odczekać 1,5 h.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego kwasu siarkowego dymiącego — oleum odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 60 ml wody w kolbie aparatu do oznaczania arsenu, ostrożnie mieszając. Do otrzymanego roztworu dodać jeszcze 6 ml badanego oleum, wymieszać i ochłodzić.

Dalsze badanie wykonać wg PN-81/C-04511 p. 2.3.7.

Badane oleum odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia wywołanego przez roztwór porównawczy.

5.3.9. Oznaczanie zawartości azotanów

5.3.9.1. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Spektrofotometr lub fotokolorymetr.
- b) Kuwety o grubości warstwy 20 mm.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas salicylowy.
- b) Kwas siarkowy nie zawierający azotanów przygotowany zgodnie z BN-84/6191-105 p. 5.3.5.1.
- c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20%(m/m).
- d) Wzorcowy roztwór roboczy zawierający 1 ml ÷ 0,1 mg NO₃.

e) Wzorcowy roztwór podstawowy zawierający NO₃⁻, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.5.

5.3.9.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej wg BN-84/6191-105 p. 5.3.5.2.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. 20 g badanego kwasu siarkowego — oleum odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie pojemności 100 ml zawierającej 5,4 ml wody oraz 0,1 g kwasu salicylowego. Zawartość kolby dokładnie wymieszać i ochłodzić. Dalsze oznaczanie wykonać wg BN-84/6191-105 p. 5.3.5.3. Badana próbka oleum odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego kwas siarkowy wolny od azotanów oraz zawartość azotanów nie będzie większa niż:

- dla oleum 25% cz.d.a. i 65% cz.d.a. — 0,1 mg NO₃⁻,
- dla oleum 25% cz. i 65% cz. — 0,5 mg NO₃⁻.

5.3.10. Oznaczanie soli amonowych

5.3.10.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04525 p. 2.3.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04525 p. 2.4.

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego kwasu siarkowego dymiącego — oleum odważonego z dokładnością do 0,01 g wymieszać ostrożnie z 10 ml wody w kolbie pojemności 100 ml. Po ochłodzeniu zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka uniwersalnego. Po ponownym ochłodzeniu roztworu uzupełnić wodą do objętości 50 ml i wymieszać. Dalej postępować wg PN-81/C-04525 p. 2.6. Badana próbka oleum odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zawartość soli amonowych nie będzie większa niż:

— dla oleum 25% cz.d.a. i 65% cz.d.a. — 0,015 mg NH₄⁺,

— dla oleum 25% cz. i 65% cz. — 0,05 mg NH₄⁺.

5.3.11. Inna metoda oznaczania związków redukujących

5.3.11.1. Postanowienia ogólne. Oznaczanie zawartości związków redukujących na życzenie odbiorcy można wykonać metodą z zastosowaniem pięciotlenku jodu.

5.3.11.2. Odczynniki. Pięciotlenek jodu (JO₅).

5.3.11.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby ze szlifem pojemności 200 ml odmierzyć za pomocą cylindra 50 ml oleum 65%, po czym dodać 1 g pięciotlenku jodu. Kolbę szczelnie zamknąć korkiem szklanym i mieszać jej zawartość w ciągu 5 min, energicznie wstrząsając. Odstawić kolbę na 1 h. Brak zmiany pierwotnego zabarwienia oleum świadczy o nieobecności związków redukujących (SO₂).

Pojawienie się barwy różowej lub żółto-brunatnej dowodzi obecności związków redukujących (SO₂).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Toruńskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego POLCHEM.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-10

- a) wprowadzono oleum 65% w dwóch gatunkach: oleum 65% cz.d.a. i oleum 65% cz.,
- b) zrezygnowano z oznaczania selenu,
- c) wprowadzono wiele zmian w metodach analitycznych:
 - oznaczania pozostałości po prażeniu — zmieniono temperaturę prażenia osadu,
 - oznaczania żelaza — wprowadzono metodę fotokolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli,
 - oznaczania arsenu — wprowadzono poprawki w ilościach roztworu porównawczego,
 - oznaczania azotanów — zastosowano metodę wg BN-84/6191-105,
 - oznaczania soli amonowych — zastosowano metodę wg PN-81/C-04525.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
 PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-89/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich

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

PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

PN-81/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu

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 pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

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

PN-78/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
- PN-76/O-79561 Opakowania szklane do artykułów chemicznych. Butelki i słoje do odczynników. Wymagania i badania
- BN-84/6191-105 Odczynniki. Kwas siarkowy
- BN-74/6411-04 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Skrzynki przegrodowe z polietylenu lub kopolimeru PE/PP. Ogólne wymagania i badania
- Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID) — Załącznik B do Konwencji o międzynarodowym przewozie (COTIF) (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- 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
- Ustawa z dnia 1 lutego 1983 r. Prawo o ruchu drogowym (Dz. U. nr 6, poz. 35)
- 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.) wraz z późniejszymi zmianami
- Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie oznaczania substancji trujących (Dz. U. nr 2, poz. 8 z 1964 r.) wraz z późniejszymi zmianami
- Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.)
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)
- Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 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
- Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, p. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)
- 4. Symbol wg SWW**
cz.d.a. — 1331-11,
cz. — 1331-42.
- 5. Autorzy projektu normy** — mgr Danuta Kanarek, mgr inż. Anna Paciuszkiewicz — Toruńskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego POLCHEM — Toruń.