

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Odczynniki Tlenek rtęciowy żółty	6191-71
		Zamiast BN-66/6191-71
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest tlenek rtęciowy żółty stosowany jako odczynnik chemiczny.

Tlenek rtęciowy żółty ma:

- a) wzór chemiczny: HgO ,
- b) masę molową: 216,59 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od ilości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki tlenku rtęciowego żółtego oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia tlenku rtęciowego żółtego czystego do analizy:

TLENEK RTĘCIOWY ŻÓŁTY cz.d.a. BN-90/6191-31

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Tlenek rtęciowy żółty powinien mieć postać żółtopomarańczowego bezpostaciowego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie, łatwo rozpuszczalnego w rozcieńczonych kwasach: siarkowym, solnym i azotowym. Gęstość nasypowa — 3000 kg/m³.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tlenku rtęciowego (HgO), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99	98
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,03	0,1
c) Pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,05	0,1
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,02
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Azotu ogólnego (N), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,04
g) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,003	0,005
h) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
i) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,005
j) Cynku (Zn^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Tlenek rtęciowy żółty należy pakować, znakować, 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. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego wg BN-84/6833-23 zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego i polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką. Masa netto: 250, 500, 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

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

- a) klasę niebezpieczeństwa 6.1 wg RID/ADR,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 10 września 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 14/1990, poz. 34)

b) napis „Trucizna”¹⁾ i znak trupiej czaszki zgodnie z Rozporządzeniem Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej, wykaz A,

c) znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79251 p. 2.3.9.

4.2.3. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy A, odmiany a i rodzaju Z.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania transportowego w uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione, ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021 i jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie transportu materiałów niebezpiecznych.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

a) nalepkę ostrzegawczą wzór 6.1 wg RID/ADR „Materiały trujące”,

b) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.4 i 2.4.10.

4.3. Przechowywanie. Tlenek rtęciowy żółty należy przechowywać w pomieszczeniach dostosowanych do przechowywania substancji trujących zgodnie z PN-87/C-80001 p. 3. Dopuszczalna liczba warstw składowania dla skrzynek drewnianych — 4. Okres gwarancji — 2 lata od daty produkcji.

4.4. Transport. Tlenek rtęciowy żółty jest materiałem niebezpiecznym. RID: 6.1/52b lm 601, ADR: 61/52b lm 2601, MDG 6.1/II UN1641. Opakowany i oznakowany — wg 4.2; należy go przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu kolejowego i drogowego¹⁾. Dopuszczalna liczba warstw ładowania wynosi dla skrzynek drewnianych — 3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości tlenu rtęciowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2b),
- oznaczanie pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2h),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2i),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2j).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-88/C-80047, przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- liczbę próbek jednostkowych wg PN-88/C-80047, p. 3.2,

c) masa średniej próbki laboratoryjnej — nie mniej niż 100 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas wykonywania badań należy stosować wytyczne zgodnie z PN-81/C-01055.

Do analizy należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych należy wykonać wg PN-81/C-01055, określając wg 2.1.1 postać, 2.1.2 — barwę i 2.2 — rozpuszczalność.

5.3.3. Oznaczanie zawartości tlenu rtęciowego (HgO)

5.3.3.1. Zasada metody polega na oznaczaniu zawartości tlenu rtęciowego metodą miareczkowania roztworem rodanku wobec siarczanu żelazowo-amonowego jako wskaźnika rozpuszczalnego osadu $\text{Hg}(\text{SCN})_2$.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04530/03 p. 2.2.1.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,4 g badanego tlenu rtęciowego żółtego odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w mieszaninie 10 ml wody i 5 ml roztworu kwasu azotowego, rozcieńczyć wodą do około 100 ml, dodać $2 \div 3$ ml roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i, silnie mieszając, miareczkować roztworem rodanku amonowego lub potasowego do pojawienia się brunatnoczerwonego zabarwienia roztworu nad osadem.

5.3.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość tlenu rtęciowego (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,01083 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — odważka badanego tlenu rtęciowego, g,
 V_1 — objętość roztworu rodanku amonowego lub potasowego o stężeniu $c(\text{MeSCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,
 0,01083 — ilość tlenu rtęciowego żółtego odpowiadająca 1 ml roztworu rodanku amonowego lub potasowego o stężeniu $c(\text{MeSCN}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g.

5.3.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,15%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory. Kwas solny, roztwór 10%(m/m) i 1%(m/m).

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego tlenu rtęciowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić przez ogrzanie do wrzenia w 50 ml 10%(m/m) roztworu kwasu solnego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 1 h. Roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy tygiel G4, osad przemyć 10 ml 1%(m/m) roztworu kwasu solnego, potem gorącą wodą do zaniku reakcji na jony Cl^- i wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X_2) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{A \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

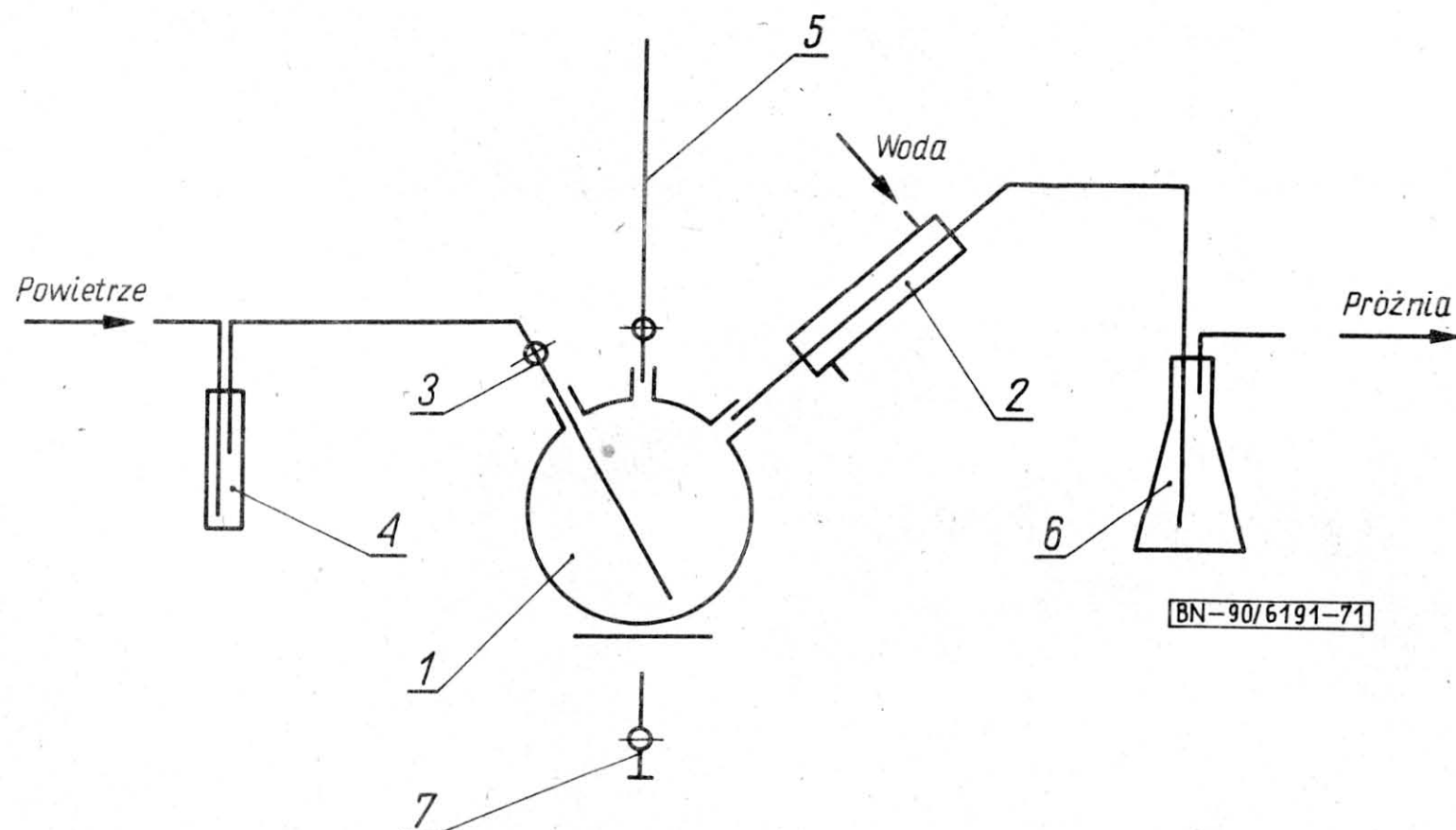
w którym:

A — masa wysuszonej pozostałości, g,

m_2 — odważka badanego tlenku rtęciowego, g.

5.3.5. Oznaczanie pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym

5.3.5.1. Aparatura — wg rysunku.



Zestaw do redukcji związków rtęci

1 — kolba trój szyjna pojemności 500 cm³, 2 — chłodnica, 3 — kran dwudrożny, 4 — płuczka z wodą, 5 — kuweta pojemności 25 cm³, 6 — płuczka pojemności 1000 cm³ z roztworem Na₂CO₃ 10%, 7 — palnik gazowy

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak, roztwór 25%(m/m).
- Kwas azotowy o $\rho = 1,4$ g/ml oraz roztworu 1%(m/m).
- Kwas mrówkowy 98 ÷ 99%(m/m) oraz roztwór 1%(m/m).
- Węglan sodowy roztwór 10%(m/m).

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. 7 g badanego tlenku rtęciowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 100 ml, zwilżyć wodą i rozpuścić w 6 ml kwasu azotowego. Otrzymany roztwór przenieść z użyciem 30 ml wody, do kolby w zestawie analitycznym (rysunek) i dodać 7 ml kwasu mrówkowego. Podłączyć chłodzenie wodne (2) i układ próżniowy, ustalając za pomocą kranu (3) dopływ w płuczce (4) powietrza z szybkością około 250 pęcherzyków/min.

Roztwór ogrzać do temperatury około 40°C i powoli mieszając wkropić z kuwety (5) 15 ml roztworu amoniaku. W ten sam sposób, z taką samą ilością odczynników (bez badanej próbki), przygotować roztwór kontrolny (roztwór B).

Po wytrąceniu osadu metalicznej rtęci roztwór podgrzać prawie do wrzenia i po 15 min chłodnicę przepłukać 5 ml roztworu 1%(m/m) kwasu mrówkowego,

kolbę odłączyć i pozostawić na 1,5 h do całkowitego opadnięcia osadu. Następnie roztwór z nad osadu przesączyć do cylindra pojemności 100 ml przez twardy sączek przemyty gorącym roztworem kwasu azotowego (od jonów chlorkowych). Osad przepłukać kilkoma ml 1%(m/m) roztworu kwasu mrówkowego i dołączyć do roztworu po redukcji. Roztwór w cylindrze uzupełnić wodą do objętości 70 ml (roztwór A). 50 ml (5,00 g) roztworu A umieścić w wyprażonej do stałej masy parownicy kwarcowej, dodać 0,5 ml kwasu azotowego, odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej, ostroż-

nie odpędzić sole amonowe w temperaturze 200 ÷ 250°C i wyprażyć do stałej masy w 800°C.

Pozostałość po redukcji kwasem mrówkowym (X_3) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_1 - a_2}{m_3} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- a_1 — masa wyprażonej pozostałości w próbce badanej, g,
- a_2 — masa wyprażonej pozostałości w roztworze kontrolnym, g,
- m_3 — odważka badanego tlenku rtęciowego, g.

Pozostałość po redukcji zachować do oznaczania żelaza, ołowiu, miedzi i cynku wg 5.3.9, 5.3.10, 5.3.11, 5.3.12 i 5.3.13 (Roztwór C).

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 5 ml roztworu A (0,5 g) przygotowanego wg 5.3.5.3 umieścić w cylindrze kolorymetrycznym pojemności 100 ml, dodać 25 ml wody, 6 ml roztworu kwasu azotowego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

W celu przygotowania roztworu porównawczego pobrać 5 ml roztworu B wykonanego wg 5.3.5.3, dodać 10 ml wody, 2 ml roztworu kwasu azotowego oraz:
dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- .

Następnie dodać 1 ml roztworu azotanu srebra i uzupełnić objętość wodą do 40 ml.

Badany tlenek rtęciowy żółty odpowiada wymaganiom normy, jeśli zmętnienie roztworu badanego, powstałe po upływie 15 min, nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego.

5.3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

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

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego tlenku rtęciowego odważonego z dokładnością do 0,1 g rozpuścić w 5 ml roztworu kwasu solnego 25%(m/m), dodać 35 ml wody oraz 5,8 ml roztworu amoniaku. W razie potrzeby przesączyć. Dodać 3 ml roztworu chlorku barowego i dokładnie wymieszać przez 30 s i pozostawić na 1 h. Roztwór porównawczy przygotowany równocześnie powinien zawierać w takiej samej objętości, takie same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} .

Badany tlenek rtęciowy żółty odpowiada wymaganiom normy, jeśli zmętnienie roztworu badanego powstałe po upływie 1 h nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego.

5.3.8. Oznaczanie zawartości azotu (N)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2 oraz kwas solny roztwór 12,5%(m/m).

5.3.8.2. Aparatura — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego tlenku rtęciowego żółtego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml roztworu kwasu solnego 12,5%(m/m). Do kolby kulistej aparatu destylacyjnego przenieść 10 ml roztworu (0,5 g) dla odczynnika cz.d.a lub 2 ml roztworu (0,1 g) dla odczynnika cz. i wykonać destylację wg PN-81/C-04527 p. 2.4.3. Równocześnie w ten sam sposób przygotować roztwór porównawczy, zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg N.

Destylaty przenieść do cylindrów kolorymetrycznych pojemności 100 ml i oznaczanie wykonać metodą wizualną, porównawczą wg PN-81/C-04527 p. 2.4.4.

Badany tlenek rtęciowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe żółtobrazowe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego.

5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe)

5.3.9.1. Zasada metody polega na oznaczaniu żelaza z roztworu (C) otrzymanego po roztworzeniu w mieszaninie kwasów pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym, techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.9.2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa żelazowa z katodą wnątkową.

5.3.9.3. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas solny o $d(\text{HCl}) = 1,12$ g/ml.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczony wodą w stosunku 10+90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Fe.

5.3.9.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrzem, w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla stosowanego aparatu. Żelazo należy oznaczać przy długości fali 248,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.9.5. 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, 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego żelaza, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

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

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

5.3.9.6. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po redukcji kwasem mrówkowym wg 5.3.5.3 rozpuścić w mieszaninie 4 ml kwasu solnego oraz 2 ml kwasu azotowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Następnie pozostałość rozpuścić w 1 ml kwasu solnego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór C).

Do kolby pomiarowej pojemności 10 ml odmierzyć 5 ml roztworu C, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zmierzyć absorbancję żelaza w przygotowanym roztworze w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość żelaza (X_4) w %(m/m) obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{2a_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

a_1 — stężenie żelaza odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość roztworu C, ml,

m_3 — odważka badanej próbki wg 5.3.5.3, g.

5.3.9.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż 10% wyniku niższego.

5.3.10. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb)

5.3.10.1. Zasada metody polega na oznaczaniu ołowiu z roztworu otrzymanego po roztwarzaniu w mieszaninie kwasów pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym, techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.10.2. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa ołowiowa z katodą wnękową.

5.3.10.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$.
- b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony roztworem kwasu azotowego o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$ w stosunku 10+90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Pb}^{2+}$.

5.3.10.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla danego aparatu. Ołów należy oznaczać przy długości fali 217,0 nm lub 283,3 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.10.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do 5 kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1,0, 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $6 \cdot 10^{-6}$, $8 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-5} \text{ g/ml}$.

5.3.10.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbcję ołowiu w roztworze C przygotowanym wg 5.3.9.6 w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość ołowiu (X_5) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_2 \cdot V_1 \cdot 100}{m_3} \quad (5)$$

w którym:

- a_2 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V_1 — objętość roztworu C p. 5.3.9.6, ml,
- m_3 — odważka badanej próbki p. 5.3.5.3, g.

5.3.10.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż 10% wyniku niższego.

5.3.11. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu)

5.3.11.1. Zasada metody polega na oznaczaniu miedzi z roztworu otrzymanego przez rozтворzenie w mieszaninie kwasów pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym, techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.11.2. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa miedziowa z katodą wnękową.

5.3.11.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy roztwór o $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ mol/l}$.
- b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony roztworem kwasu siarkowego w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5} \text{ g Cu}^{2+}$.

5.3.11.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla danego aparatu.

Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,8 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

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

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

5.3.11.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odmierzyć 5 ml roztworu C wg 5.3.9.6, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór D). Zmierzyć absorbcję miedzi w roztworze D w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość miedzi (X_6) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_3 \cdot V_1 \cdot 1000}{m_3} \quad (6)$$

w którym: —

- a_3 — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V_1 — objętość roztworu C wg 5.3.9.6, ml,
- m_3 — odważka badanej próbki wg 5.3.5.3, g.

5.3.11.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 10% wyniku niższego.

5.3.12. Oznaczanie zawartości cynku (Zn)

5.3.12.1. Zasada metody polega na oznaczaniu cynku z roztworu otrzymanego po rozтворzeniu w mieszaninie kwasów pozostałości po redukcji kwasem mrówkowym techniką płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej metodą krzywej wzorcowej.

5.3.12.2. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa cynkowa z katodą wnękową.

5.3.12.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,001 \text{ mol/l}$.
- b) Roztwór wzorcowy cynku przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23b) rozcieńczony roztworem kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,001 \text{ mol/l}$ w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5} \text{ g Zn}^{2+}$.

5.3.12.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla danego aparatu. Cynk należy oznaczać przy długości fali 213,9 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.12.5. 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 cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o $c(\text{HCl}) = 0,001 \text{ mol/l}$ do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$.

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

5.3.12.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze D przygotowanym wg 5.3.11.6 w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość cynku (X_7) w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_7 = \frac{a_4 \cdot V_1 \cdot 1000}{m_3} \quad (7)$$

w którym:

a_4 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość roztworu C wg 5.3.9.6, ml,

m_3 — odważka badanej próbki wg 5.3.5.3, g.

5.3.12.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż 10% wyniku niższego.

5.3.13. Oznaczenie zawartości żelaza innymi metodami¹⁾

¹⁾ Dopuszcza się oznaczanie zawartości żelaza wg PN-81/C-04521/03 oraz metali ciężkich w przeliczeniu na ołów wg PN-80/C-04515.

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

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

5.3.13.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-81/C-04521/03 p. 3a).

5.3.13.4. Wykonanie oznaczania. 5 ml (1 g) roztworu C przygotowanego wg 5.3.9.6 umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml i dalej wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 7b).

W przypadku oznaczania dopuszczalnej zawartości żelaza, oznaczanie wykonać wg p. 9 ww. normy.

Do roztworów porównawczych należy dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Fe^{3+} ,

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

5.3.14. Oznaczenie zawartości metali ciężkich jako Pb^{2+} innymi metodami¹⁾

5.3.14.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3.

5.3.14.2. Wykonanie oznaczania. 5 ml (1,0 g) roztworu C przygotowanego wg 5.3.9.6 umieścić w cylindrze kolorymetrycznym pojemności 50 ml i dalej wykonać oznaczanie wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4.

Do roztworów porównawczych należy dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+} .

5.4. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe wymagań i wyniki końcowe oznaczeń należy porównać stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.5. Ocena wyników badań. Partię produktu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki tlenku rtęciowego pobranej wg 5.2 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

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-66/6191-71

a) obniżono zawartość procentową tlenku rtęciowego i dostosowano do wymagań firm światowych,

b) zmieniono metody oznaczania pozostałości po wyprażeniu chlorków, żelaza i metali ciężkich,

c) wprowadzono oznaczanie miedzi, cynku, żelaza i ołowiu metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej,

d) wprowadzono oznaczanie azotu ogólnego zamiast azotanów,

e) zmieniono układ normy,

f) uwzględniono nowe przepisy transportowe.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości metali ciężkich

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczenie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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
BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe. Szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych
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.)
Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu 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, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)
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
Rozporządzenie Ministra 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
Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym

wym przewozie kolejami (COTIF). (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu kolejną, 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 Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej 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

Załącznik A i B do Umowy europejskiej dotyczącej międzynarodowego przewozu drogowego towarów niebezpiecznych (ADR) (Dz. U. nr 35, poz. 189 z 1975 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministra Żeglugi z dnia 1 lutego 1974 r. w sprawie transportu morskiego materiałów niebezpiecznych IMDG (Dz. U. nr 9, poz. 55 z dnia 1974 r.)

4. Normy i zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 4884-75

ZSRR ГОСТ 5230-74

5. Symbol wg SWW:

tlenek rtęciowy żółty cz.d.a. — 1331-11,

tlenek rtęciowy żółty cz. — 1331-12.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. Janina Sokołowska, mgr inż. Helena Czepelak — PPH Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.