

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki Kwas bromowodorowy	6191-29
		Zamiast BN-64/6191-29
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas bromowodorowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Kwas bromowodorowy ma:

- a) wzór chemiczny HBr.
- b) masę molową 80, 91,
- c) właściwości szkodliwe dla zdrowia - działa drażniąco na oczy i skórę.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki kwasu bromowodorowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu bromowodorowego czystego do analizy:

KWAS BROMOWODOROWY cz.d.a. BN-88/6191-29

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas bromowodorowy powinien być cieczą przezroczystą, bezbarwną lub żółtawą (na skutek wydzielania się wolnego bromu pod wpływem utleniającego działania powietrza), o gęstości nie mniejszej niż 1,37 g/ml.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość kwasu bromowodorowego (HBr), $\%(m/m)$, nie mniej niż	40	40
b) Substancji nielotnych, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02
c) Kwasu chlorowodorowego (j. Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,2
d) Kwasu jodowodorowego (j. I^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
e) Siarki (j. SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,03
f) Kwasu fosforowego (j. PO_4^{3-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	nie normalizuje się
g) Arsenu (As), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,00002	nie normalizuje się
h) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0001	0,0005
i) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,002
j) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,002
k) Kadmu (Cd^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0002	0,002
l) Wapnia (Ca^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
m) Magnezu (Mg^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe — Polskie Odczynniki Chemiczne
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1988 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1989 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 4/1989, poz. 8)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Kwas bromowodorowy 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. Opakowania jednostkowe stanowią butelki ze szkła brązowego pojemności 500 lub 1000 typu POCh wg BN-79/6831-13, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02, z podkładkami polietylenowymi wg BN-71/6419-03 lub butelki do leków typu LB-5 wg BN-83/6831-53, zamykane kapsłokorkami lub nakrętkami z tworzywa sztucznego z podkładkami polietylenowymi. Do zabezpieczenia zamknięcia butelek należy stosować pierścienie termokurczliwe lub taśmę samoprzylepną wg BN-73/6419-04.

Pojemność opakowania: 500 lub 1000 ml.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego, jeżeli zabezpieczono jakość produktu w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021 oraz jest zgodne z obowiązującymi przepisami w zakresie materiałów niebezpiecznych.

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

- a) klasę niebezpieczeństwa 8 wg RID/ADR,
- b) napis ostrzegawczy "żrące",
- c) znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących wg PN-76/O-79251 p. 2.3.10,
- d) napis "ostrożnie środek szkodliwy" (kwas bromowodorowy należy do wykazu B.M.Z i O.S.)

4.2.3. Opakowania transportowe dla butelek stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC. Pojedyncze butelki należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym np. folią pęcherzykową "pneumopak" lub innym podobnym i ustawiać w skrzynkach w jednej warstwie.

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

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

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.3.1, 2.4.3, 2.4.4, 2.4.10,

b) nalepkę ostrzegawczą wg wzoru nr 8 RID/ADR - "materiały żrące".

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania transportowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Kwas bromowodorowy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek drewnianych - 4, dla palet skrzynkowych z drutu - 3.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Kwas bromowodorowy jest materiałem niebezpiecznym: klasa 8, liczba marginesowa 801 punkt 5b wg RID i klasa 8, liczba marginesowa 2801, punkt 5b wg ADR. Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾. Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych wynosi 4, dla palet skrzynkowych z drutu - 3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości kwasu bromowodorowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nieletnych (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości kwasu chlorowodorowego (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości kwasu jodowodorowego (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości siarki (SO_4^{2-}) (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości kwasu fosforowego (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości arsenu (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości miedzi (3.2i),
- k) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2j),
- l) oznaczanie zawartości kadmu (3.2k),
- m) oznaczanie zawartości wapnia (3.2l),
- n) oznaczanie zawartości magnezu (3.2m).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 l kwasu bromowodorowego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika w gatunku cz. należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500, natomiast w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

C-80047. Do pobierania próbek należy stosować pipety zaopatrzone w pompkę lub pipety automatyczne.

Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać 1 próbkę pierwotną. Najmniejsza wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić 100 ml, wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 ml.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad ÷ 160	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości, ważenie do stałej masy należy interpretować zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie barwę próbki kwasu bromowodorowego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.2, gęstość sprawdzić wg PN-81/C-04504 p. 2.1.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasu bromowodorowego

5.4.3.1. Zasada metody. Kwas bromowodorowy oznacza się alkacymetrycznie, miareczkując próbkę mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec oranżu metylowego jako wskaźnika.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.2.

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

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 7,25 ml (10 g) próbki kwasu bromowodorowego i wprowadzić do uprzednio zważonej z dokładnością do 0,0002 g kolby pomiarowej pojemności 50 ml zawierającej 10 ml wody, po czym ponownie zważyć z tą samą dokładnością. Następnie dopełnić zawartość kolby wodą do kreski i wymieszać. Pobrać 20,0 ml otrzymanego roztworu do kolby stożkowej pojemności 250 ml, dodać 50 ml wody oraz 2 krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego do pierwszej zmiany barwy wskaźnika.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość kwasu bromowodorowego (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,08092 \cdot 50 \cdot 100}{m_1 \cdot 20} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 20,23}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_1 - objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

V_2 - objętość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$ odpowiadająca zawartości kwasu chlorowodorowego oznaczanego wg 5.4.5, ml, (1 mg Cl^- odpowiada 0,03 ml mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$),

m_1 - masa odważki próbki kwasu bromowodorowego, g,

0,08092 - ilość kwasu bromowodorowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych.

Odmierzyć 36,3 ml (50 g) próbki kwasu bromowodorowego, umieścić w parownicy kwarcowej i wykonać oznaczenie wg PN-78/C-04957. Po wykonaniu oznaczania, próbkę pozostawić do oznaczania wg 5.4.10.6.

5.4.5. Oznaczanie zawartości kwasu chlorowodorowego

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz:

- Kwas szczawiowy,
- Kwas siarkowy, roztwór (1 + 1),
- Nadmanganian potasowy, roztwór 5%(m/m),
- Siarczan manganawy, roztwór 5%(m/m).

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 3,6 ml (5 g) próbki kwasu bromowodorowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski wodą i wymieszać. 10 ml tego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml. Dodać 10 ml roztworu nadmanganianu potasowego, 50 ml roztworu siarczanu manganawego i 70 ml wody, zakwasić 15 ml roztworu kwasu siarkowego, po czym, ogrzewając do wrzenia, odparować do objętości 40 ml. Następnie dodać 30 ml wody i ponownie odparować do objętości 40 ml. Po ostygnięciu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski i wymieszać, następnie przesączyć przez sączek odmyty od chlorków gorącą wodą. Roztwór odbarwić kryształkiem kwasu szczawiowego. Pobrać 10,0 ml tego roztworu do

kolby stożkowej pojemności 100 ml i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

Próbka kwasu bromowodorowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg Cl^- .

5.4.6. Oznaczanie zawartości kwasu jodowodorowego

5.4.6.1. Zasada metody polega na utlenianiu kwasu jodowodorowego za pomocą azotynu sodowego do wolnego jodu i wyekstrahowaniu go do warstwy benzynowej lub chloroformowej.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Benzen lub chloroform.

b) Amoniak, roztwór 10%(m/m).

c) Azotyn sodowy, roztwór 1%(m/m).

d) Kwas siarkowy, roztwór o $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

e) Roztwór wzorcowy podstawowy jodków (J^-), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.33. 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego zawiera 1 mg J^- .

f) Roztwór wzorcowy roboczy jodków (J^-) przygotowany przez rozcieńczenie (10 + 90) roztworu wzorcowego podstawowego jodków. 1 ml roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,1 mg J^- ,

g) Fenoloftaleina, wskaźnik, przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.17.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć mikropipetą 0,7 ml (1 g) próbki kwasu bromowodorowego, rozcieńczyć 5 ml wody, dodać 1 kroplę fenoloftaleiny i zobojętnić roztworem amoniaku, następnie odbarwić roztwór kwasem siarkowym i dodać jeszcze 1 ml nadmiaru tego kwasu. Całość przelać do cylindra pomiarowego pojemności 25 ml z doszlifowanym korkiem, dopełnić wodą do objętości 20 ml, dodać 0,2 ml roztworu azotynu sodowego i 5 ml benzenu lub chloroformu i silnie wstrząsnąć. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka kwasu bromowodorowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 2 min zabarwienie warstwy benzynowej lub chloroformowej nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy benzynowej lub chloroformowej roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg J^- .

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarki (jako SO_4^{2-})

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1. oraz:

a) Węglan sodowy, bezwodny.

b) Woda bromowa, roztwór nasycony.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć mikropipetą 1,4 ml (2 g) dla gatunku cz.d.a. lub 0,7 ml (1 g) dla gatunku cz. próbki kwasu bromowodorowego i przenieść do parownicy szklanej, dodać 2 ml wody bromowej i 20 mg węglanu sodowego. Odparować do sucha na łaźni wodnej.

Pozostałość rozpuścić w 10 ml wody i 1 ml kwasu solnego 10%(m/m). Roztwór przenieść do kolby stożkowej pojemności 50 ml i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.2 lub p. 2.5.3.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka kwasu bromowodorowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,3 mg SO_4^{2-} .

5.4.8. Oznaczanie zawartości kwasu fosforowego (jako PO_4^{3-})

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-82/C-04503 p. 2.2.3 oraz kwas azotowy, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć mikropipetą 2,0 ml (3 g) próbki kwasu bromowodorowego, przenieść do parownicy szklanej, dodać 5 ml kwasu azotowego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość ogrzać z 2 ml kwasu siarkowego, dodać 15 ml wody, przenieść do kolby stożkowej pojemności 50 ml i wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04503 p. 2.2.5.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbka kwasu bromowodorowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia roztworu badanego jest mniejsza lub równa intensywności zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. - 0,006 mg PO_4^{3-} .

5.4.9. Oznaczanie zawartości arsenu

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3. oraz:

a) Amoniak, roztwór 25%(m/m).

b) Fenoloftaleina, wskaźnik, przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.17.

c) Dwuetylodwutiokarboaminian srebrny (AgDDTK), roztwór 0,5%(m/V). Rozpuścić 1 g AgDDTK odważonego z dokładnością do 0,01 g w 150 ml chloroformu, dodać 2 g etanoloaminy, dopełnić do objętości 200 ml i wymieszać. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła. Roztwór jest trwały przez około 2 tygodnie.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 7,25 ml (10 g) próbki kwasu bromowodorowego, dodać 15 ml wody i zobojętnić roztworem amoniaku wobec fenoloftaleiny,

dodać 10 ml roztworu kwasu siarkowego i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04511 p. 2.4.6, używając zamiast roztworu dwuetylodwutiokarboaminianu srebrnego wg PN-81/04511 p. 2.4.3d) roztwór dwuetylodwutiokarboaminianu srebrnego wg 5.4.9.1c).

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania. Próbkę kwasu bromowodorowego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia powstałego w roztworze badanym jest mniejsza lub równa intensywności zabarwienia w roztworze porównawczym, przygotowanym jednocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. - 0,002 mg As.

5.4.10. Oznaczanie zawartości żelaza, miedzi, ołowiu i kadmu

5.4.10.1. Zasada metody. Żelazo, miedź, ołów i kadm oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy spektralnie cz. $\rho(\text{HCl}) = 1,4 \text{ g/ml}$.
- Roztwór wzorcowy podstawowy kadmu (Cd^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Cd}^{2+}$.
- Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Cu}^{2+}$.
- Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b). 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Pb}^{2+}$.
- Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Fe}^{3+}$.
- Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Cd^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} i Fe^{3+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 10,0 ml wzorcowych roztworów podstawowych wg 5.4.10.2b), c), d), i e), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-4} \text{ g jonów: Cd}^{2+}$, Cu^{2+} , Pb^{2+} i Fe^{3+} .

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

- Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- Lampy: kadmowa, miedziowa, ołowiowa i żelazowa z katodami wnękowymi.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję żelaza należy mierzyć przy długości fali 248,3 nm, miedzi - 324,7 nm, ołowiu - 217 lub 283,3 nm, kadmu - 228,8 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.10.5. Przygotowywanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiaro-

wych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 ml wzorcowego roztworu roboczego wg 5.4.10.2f), dodać po 1 ml kwasu azotowego. Zawartość kolb dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Stężenia poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorców wynoszą: $0,5 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$. Zmierzyć absorbancję żelaza, miedzi, ołowiu i kadmu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych - odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.10.6. Wykonanie oznaczania. Pozostałość otrzymaną po oznaczaniu substancji nielotnych wg 5.4.4 rozpuścić na gorąco w 2 ml kwasu azotowego. Zawartość parownicy przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski, wymieszać (roztwór A) i zmierzyć absorbancję: żelaza, miedzi, ołowiu i kadmu w warunkach podanych w 5.4.10.4. Z krzywych wzorcowych odczytać stężenia żelaza, miedzi, ołowiu i kadmu.

5.4.10.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_2), miedzi (X_3), ołowiu (X_4) i kadmu (X_5) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X_{2,3,4,5} = \frac{a_{1,2,3,4} \cdot V_2 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

- $a_{1,2,3,4}$ - stężenie odpowiednio żelaza, miedzi, ołowiu i kadmu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_2 - objętość roztworu A przygotowanego wg 5.4.10.6, ml,
- m_2 - masa odważki próbki kwasu bromowodorowego wg 5.4.4, g.

5.4.10.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.4.11. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu

5.4.11.1. Zasada metody. Wapń i magnez oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej z roztworu otrzymanego z pozostałości po usunięciu substancji lotnych.

5.4.11.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.
- Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu (Mg^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a). 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Mg}^{2+}$.
- Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Ca}^{2+}$.

d) Roztwór wzorcowy roboczy - mieszanina jonów Mg^{2+} i Ca^{2+} . Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 10,0 ml wzorcowych roztworów podstawowych wg 5.4.11.2b) i c), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-4}$ g jonów Mg^{2+} i Ca^{2+} .

5.4.11.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: magnezowa i wapniowa z katodami wnękowymi.

5.4.11.4. Warunki fotometrowania - wg 5.4.10.4. Absorbancję magnezu należy zmierzyć przy długości fali 285,2 nm, a wapnia przy 422,7 nm.

5.4.11.5. Przygotowywanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0 i 3,0 ml wzorcowego roztworu roboczego wg 5.4.11.2d), dodać po 1 ml kwasu azotowego. Zawartość kolb dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Stężenie poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorców wynoszą: $0,5 \cdot 10^{-6}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $3 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję wapnia i magnezu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w 5.4.11.4, a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.10.5.

5.4.11.6. Wykonanie oznaczania. Pobrać 20,0 ml roztworu A wg 5.4.10.6 i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 1 ml kwasu azotowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór B). Zmierzyć absorbancję magnezu i wapnia w roztworze B w warunkach po-

danych w 5.4.11.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenia wapnia i magnezu.

5.4.11.7. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość wapnia (X_6) i magnezu (X_7) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{6,7} = \frac{a_{5,6} \cdot V_2 \cdot V_3}{m_2 \cdot V_4} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

$a_{6,7}$ - stężenie odpowiednio wapnia i magnezu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_3 - objętość roztworu B wg 5.4.11.6, ml,

V_4 - objętość roztworu A zużytego do przygotowania roztworu B, ml.

5.4.11.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.5. Ocena wyników badań. Partię kwasu bromowodorowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki kwasu bromowodorowego pobranej wg 5.3, odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy, do każdej partii kwasu bromowodorowego producent jest obowiązany wystawić i posłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-29

a) zrezygnowano z oznaczania zawartości wolnego bromu,

b) podniesiono poziom wymagań dla zawartości kwasu chlorowodorowego i substancji nielotnych,

c) podniesiono poziom wymagań dla zawartości kwasu jodowodorowego, kwasu fosforowego dla gatunku cz.d.a.,

d) zrezygnowano z oznaczania zawartości kwasu jodowodorowego i arsenu dla gatunku cz.,

e) oddzielnie zanormowano zawartość miedzi, ołowiu i kadmu metodą absorpcji atomowej zamiast zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem,

f) wprowadzono oznaczanie zawartości magnezu metodą absorpcji atomowej dla gatunku cz.d.a.,

g) zmieniono metodę oznaczania wapnia i żelaza,

h) zaktualizowano metody oznaczania: kwasu chlorowodorowego, kwasu fosforowego i arsenu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-82/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-81/C-04504 Oznaczanie gęstości (masy właściwej) produktów chemicznych ciekłych

- PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- 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-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie ti-trantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)
- PN-78/C-04957 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości nie-lotnej
- PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów 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-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe bez skrzydeł drewniane 800 X 1200 - EUR
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania
- BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki
- BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastifikowanego polichlorku winylu. Szeregi wymiarowe
- BN-79/6831-13 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki typu POCh do odczynników chemicznych
- 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.)
- 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 towarów 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 zabezpieczeniu 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 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 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.)
- 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

4. Symbol wg SWW

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

5. Autor projektu normy - mgr Krystyna Piotrowska-

Zub, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.