

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Odczynniki Chlorek rtęciawy	6191-60
		Zamiast RN-57/MPCh-1260
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek rtęciawy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek rtęciawy ma:

- wzór chemiczny Hg_2Cl_2 ,
- ciężar cząsteczkowy - 472,15 (1958 r.)
- inną nazwę - kalomel.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku rtęciawego, oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia chlorku rtęciawego czystego do analizy:

CHLOREK RTĘCIAWY cz.d.a. BN-66/6191-60

1.4. Normy związane

- PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych
- PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Chlorek rtęciawy powinien mieć postać drobnego, białego lub lekko żółtawego krystalicznego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie, alkoholu i eterze, trudno rozpuszczalnego w stężonym kwasie azotowym. Chlorek rtęciawy na świetle powoli się rozkłada.

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 3 września 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1967 r.

(Mon. Pol. nr 1966 poz.)

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 4.2.1	
b) Chlorku rtęciowego (Hg_2Cl_2), %, co najmniej	99,5	99
c) Pozostałości po prażeniu (jako SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,02	0,06
d) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,0005	0,0005
e) Obcych metali ciężkich (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,002	0,005
f) Chlorku rtęciowego (Hg^{2+}), %, najwyżej	0,0005	0,001
g) Siarczanów (SO_4), %, najwyżej	0,01	0,02

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Chlorek rtęciawy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania: słoje ze szkła oranżowego z dobrze doszlifowanymi korkami szklanymi. Masa netto: 250, 500, 750 i 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 50 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzanie tożsamości. Odważyć 0,3 g chlorku rtęciowego i dodać 3 ml amoniaku. Preparat powinien czernieć. Otrzymaną mieszaninę przesączyć. Przesącz zakwaszyć kwasem azotowym i dodać roztworu azotanu srebra. Wydzielony biały serowaty osad nie powinien rozpuścić się w kwasie azotowym. Chlorek rtęciawy w odróżnieniu od rtęciowego nie rozpuszcza się w wodzie, alkoholu, eterze.

4.2.2. Oznaczanie zawartości chlorku rtęciowego

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Skrobia, 1-procentowy roztwór, świeżo przyrządzony.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3 g badanego chlorku rtęciowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, wsypać do kolby stożkowej pojemności 500 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 10 ml wody, 25 ml roztworu jodu odmierzonego biuretą lub pipetą i 10 ml roztworu jodku potasowego. Kolbę zamknąć i mieszać zawartość do całkowitego rozpuszczenia, po czym odmiareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość badanego chlorku rtęciowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,02361 \cdot 100}{m} = \frac{(V - V_1) \cdot 2,361}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu jodu dodanego do roztworu, ml,
- V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru jodu, ml,
- m - odważka badanego chlorku rtęciowego, g,
- 0,02361 - ilość chlorku rtęciowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu jodu, g.

4.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu. 10 g badanego chlorku rtęciowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tygłu porcelanowym i zwilżyć 1 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84). Ostrożnie ogrzewać na siatce pod zamkniętym wyciągiem aż do odpędzenia białych par kwasu siarkowego, a następnie wyprażyć bezpośrednio na płomieniu do stałej masy.

Badany chlorek rtęciawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 2 mg,

dla odczynnika cz. - 6 mg.

Pozostałość po prażeniu zachować do oznaczania żelaza wg 4.2.4.

4.2.4. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

b) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do pozostałości po prażeniu (wg 4.2.3) dodać 2 ml kwasu solnego i ogrzewać na łaźni wodnej do zupełnego rozpuszczenia. Zawartość tygla przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, tygiel spłukać 20 ml wody, uzupełnić objętość wodą do kreski i dobrze wymieszać (roztwór A). 20 ml otrzymanego roztworu A przenieść pipetą do cylindra z doszlifowanym korkiem pojemności 50 ml, dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, następnie 5 ml amoniaku, wymieszać i uzupełnić wodą do objętości 40 ml.

Badany chlorek rtęciawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości kwasu solnego, kwasu sulfosalicylowego, amoniaku oraz 0,01 mg Fe^{3+} , dodawanych w tej samej kolejności.

4.2.5. Oznaczanie zawartości obcych metali ciężkich (Pb^{2+}). Do 10 ml roztworu A otrzymanego wg 4.2.4.2 dodać 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN/C-04515.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,

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

4.2.6. Oznaczanie zawartości chlorku rtęciowego

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy rektyfikowany, roztwór 70-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

c) Chlorek rtęciowy cz.d.a., roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 1,353 g chlorku rtęciowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i uzupełnić wodą do kreski (roztwór A). 10 ml roztworu A rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej do 1 l (roztwór B). 1 ml roztworu B zawiera 0,01 mg Hg^{2+} .

d) Woda siarkowodorowa świeżo przygotowana wg PN/C-06501.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku rtęciowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, wytrząsać w kolbie przez 2 min z 20 ml alkoholu i przesączyć. Sączek przemyć 10 ml alkoholu, przesącz uzupełnić alkoholem do objętości 30 ml, dodać 0,5 ml kwasu solnego i 10 ml świeżo przygotowanej wody siarkowodorowej.

Badany chlorek rtęciawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości kwasu solnego, wody siarkowodorowej oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Hg^{2+} (1 ml roztworu B),

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Hg^{2+} (2 ml roztworu B).

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

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwory: 10-procentowy i 1n.

b) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku rtęciawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, zadać 20 ml 10-procentowego roztworu kwasu solnego i po 15 min przesączyć. Do 10 ml przesącza dodać 10 mg węglanu sodowego bezwodnego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w 1 ml 1n roztworu kwasu solnego, dodać 10 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04519 sposobem A.

Do roztworów porównawczych dodać:

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

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

K O N I E C