wycof 1.04.91 14/90 poz 34 6028

ob. 90/6191-71

UKD 546.49-31:543-4

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki **Tlenek rtęciowy żółty**	**BN-66 6191-71** Zamiast RN-60/MPCh-1656 Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest tlenek rtęciowy żółty stosowany jako odczynnik chemiczny.

Tlenek rtęciowy żółty ma:

a) wzór chemiczny - HgO,

b) ciężar cząsteczkowy - 216,61 (1961 r.).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki tlenku rtęciowego żółtego oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia tlenku rtęciowego żółtego gatunku cz.d.a.:

TLENEK RTĘCIOWY ŻÓŁTY cz.d.a. BN-66/6191-71

1.4. Normy związane

PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych

PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną

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. Tlenek rtęciowy żółty ma postać żółtopomarańczowego, ciężkiego, bezpostaciowego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie, łatwo rozpuszczalnego w rozcieńczonych kwasach: siarkowym, solnym i azotowym.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 21 października 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1967 r.
(Mon. Pol. nr 72/1966 poz. 336)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 0,43 Nakł. 2500 + 134 Zam. 388/67 Cena zł ~~2,40~~

10,-

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 4.2.1	
b) Zawartość tlenku rtęciowego (HgO), %, co najmniej	99,9	99,2
c) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, najwyżej	0,03	0,1
d) Pozostałości po wyprażeniu, %, najwyżej	0,05	0,1
e) Chlorków (Cl^-), %, najwyżej	0,015	0,025
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,005	0,01
g) Azotanów (w przeliczeniu na N), %, najwyżej	0,005	0,04
h) Metali ciężkich obcych (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,002	nie normalizuje się
i) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,003	nie normalizuje się

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Tlenek rtęciowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania wg 2.2 a) typ laboratoryjny. Masa netto: 25, 50, 250 i 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek przeprowadzić zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzanie tożsamości

4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

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

4.2.1.2. Wykonanie sprawdzenia

a) 0,5 g badanego tlenku rtęciowego żółtego ogrzać łagodnie w probówce. Preparat czerwienieje, a po silniejszym ogrzaniu brunatnieje i utlenia się.

b) 0,5 g badanego tlenku rtęciowego żółtego rozpuścić w 5 ml kwasu solnego, rozcieńczyć 5 ml wody i dodawać kroplami roztworu jodku potasowego. Powstaje czerwony osad rozpuszczalny w nadmiarze jodku potasowego.

c) Do 0,5 g badanego tlenku rtęciowego żółtego dodać 10 ml roztworu kwasu szczawiowego i odstawić na kilka dni. Tlenek rtęciowy żółty przechodzi powoli w szczawian rtęciowy o zabarwieniu kremowobiałym.

4.2.2. Oznaczanie zawartości tlenku rtęciowego (HgO)

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.

c) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,4 g badanego tlenku rtęciowego żółtego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w mieszaninie 10 ml wody i 5 ml kwasu azotowego, dopełnić wodą do 100 ml, dodać 2 ml roztworu ałunu żelazowo-amonowego i miareczkować roztworem rodanku amonowego do zabarwienia roztworu.

Zawartość tlenku rtęciowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01083 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1{,}083}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1 n roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka tlenku rtęciowego żółtego, g,

0,01083 - ilość tlenku rtęciowego żółtego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu rodanku amonowego, g.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym. 10,00 g badanego tlenku rtęciowego żółtego rozpuścić przez ogrzanie do wrzenia w 50 ml wody i 40 ml kwasu solnego cz.d.a. (1,18) i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 1 godz. Roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony i zważony tygiel do sączenia nr 4, osad przemyć 100 ml gorącej wody zakwaszonej 5 ml kwasu solnego (1,19), potem gorącą wodą do zaniku reakcji na chlorki i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Badany tlenek rtęciowy żółty odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonego osadu nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,

dla odczynnika cz. - 10 mg.

4.2.4. Oznaczanie zawartości pozostałości po wyprażeniu. 6,00 g badanego tlenku rtęciowego żółtego wyprażyć ostrożnie pod dobrze działającym wyciągiem na małym płomieniu w uprzednio zważonym tyglu porcelanowym, a po ulotnieniu się głównej ilości substancji - na pełnym płomieniu do stałej masy.

Badany tlenek rtęciowy żółty odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,

dla odczynnika cz. - 6 mg.

Wyprażoną pozostałość zostawić do oznaczania metali ciężkich wg **4.2.8 i żelaza 4.2.9.**

4.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

c) Siarkowodór.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego tlenku rtęciowego żółtego rozpuścić w kolbie stożkowej w mieszaninie 2 ml kwasu azotowego i 10 ml wody, roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 50 ml, wysycić siarkowodorem przemytym wodą w dwu płuczkach połączonych szeregowo. Zawartość kolby przesączyć przez sączek przemyty gorącą wodą. Do przesączu dodać 10÷20 mg węglanu sodowego i gotować do usunięcia zapachu siarkowodoru. Następnie odparować do objętości 30 ml i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04518 sposobem A. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,075 mg Cl^-,

dla odczynnika cz. - 0,125 mg Cl^-.

Do otrzymania siarkowodoru użyć kwasu siarkowego.

4.2.6. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}). 2,00 g badanego tlenku rtęciowego żółtego rozpuścić w 5 ml kwasu solnego cz.d.a. (1,12), rozcieńczyć do objętości 20 ml, przesączyć w razie potrzeby 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-}.

4.2.7. Oznaczanie zawartości azotanów (w przeliczeniu na N)

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84 i 1,11).

b) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór przygotowany wg PN/C-06501.

c) Indygo, roztwór B przygotowany wg PN/C-06501.

d) Roztwór wzorcowy zawierający NO_3^- przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg NO_3^-, w przeliczeniu na azot 0,0226 mg N.

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego tlenku rtęciowego żółtego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 2 ml kwasu siarkowego (1,11), dodać 1 ml roztworu chlorku sodowego, 1 ml roztworu indygo, 10 ml kwasu siarkowego (1,84) i po 10 min 20 ml wody.

Badany tlenek rtęciowy żółty odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego w analogiczny sposób jak roztwór badany, zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,11 mg NO_3^- (co odpowiada 0,025 N),

dla odczynnika cz. - 0,9 mg NO_3^- (co odpowiada 0,2 mg N).

4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich obcych (Pb^{2+})

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. Pozostałość z oznaczania wg 4.2.4 odparować do sucha na łaźni wodnej z 2 ml kwasu solnego i 0,5 ml kwasu azotowego. Do pozostałości dodać 1 ml kwasu solnego i rozcieńczyć wodą do 60 ml. Następnie odmierzyć pipetą 10 ml roztworu i wykonać oznaczanie wg PN/C-04515. Do roztworu porównawczego dodać 0,02 mg Pb^{2+}.

Pozostałą część roztworu z oznaczania metali ciężkich zachować do oznaczania żelaza wg 4.2.9.

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

4.2.9.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

c) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

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

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 5 ml roztworu z oznaczania metali ciężkich wg 4.2.8 rozcieńczyć do objętości 30 ml, zakwasić 2 ml kwasu solnego i dodać 4 ml roztworu rodanku amonowego.

Badany tlenek rtęciowy żółty odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego w następujący sposób: pozostałość po odparowaniu 2 ml kwasu solnego i 0,5 ml kwasu azotowego rozpuścić w 1 ml kwasu solnego i rozcieńczyć wodą do objętości 60 ml, 5 ml otrzymanego roztworu rozcieńczyć do objętości 30 ml, zakwasić 2 ml kwasu solnego, dodać 0,015 mg Fe^{3+} oraz 4 ml roztworu rodanku amonowego.

K O N I E C