wycof 1.04.87
13/86 p 25
ob. 86/6191-90
6022

UKD 546.131-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70 6191-90
	Odczynniki **Kwas solny**	Grupa katalogowa X 51[1])

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas solny - roztwór wodny chlorowodoru - stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas solny ma:

a) wzór chemiczny - HCl,

b) masę cząsteczkową - 36,47 (1962 r.).

1.2. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-62/G-79090 Balony szklane. Wymagania i badania techniczne

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-65/6831-13 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Butelki typu POCH

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu solnego, oznaczone:

ch.cz. - chemicznie czysty,

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu solnego czystego do analizy:

KWAS SOLNY cz.d.a. BN-70/6191-90

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas solny powinien być cieczą bezbarwną, przeźroczystą, dymiącą na powietrzu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Gęstość w temperaturze 20°C, g/cm³, nie mniej niż	1,18		
b) Chlorowodoru, %, nie mniej niż	36,0		
c) Substancji nielotnych jako SO_4^{2-} %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
d) Siarczanów, %, nie więcej niż	0,0002	0,0002	0,0005
e) Wolnego chloru, %, nie więcej niż	0,0001	0,0002	0,0002
f) Metali ciężkich strącanych siarkowodorem jako Pb^{2+}, %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	0,0003
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	0,0003
h) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,000005	0,000005	0,00001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie, znakowanie i przechowywanie. Kwas solny odczynnik należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Kwas solny odczynnik należy dostarczać w butelkach wg BN-65/6831-13 po 1000 g lub szklanych balonach wg PN-62/G-79090 po 60 kg.

Butelki należy zatykać korkami polietylenowymi oraz nakrętkami polietylenowymi, natomiast balony szklane należy zatykać korkiem szklanym i zabezpieczyć kapturem z folii polietylenowej lub z PCW.

[1]) Symbol wg SWW: 1331-422.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 18 maja 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1971 r.
(Mon. Pol. nr 22/1970 poz. 181)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa Ark. wyd. 0,50 Nakł. 2700 + 61 Zam. 1809/70 Cena zł 2,40

Butelki należy umieszczać w skrzynkach drewnianych lub kontenerach w pozycji stojącej oraz zabezpieczyć przed stłuczeniem watą drzewną lub papierem falistym.

Balony należy umieszczać w koszach metalowych wyłożonych wełną drzewną.

Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania z tym zastrzeżeniem, że powinno ono zabezpieczać produkt w stopniu co najmniej równym jak podano wyżej.

Na opakowaniu transportowym należy umieścić znaki ostrzegawcze wg PN-67/O-79252 p. 2.3.6; 2.4.2; 2.4.3.

4.2. Transport. Kwas solny odczynnik należy przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z przepisami dla materiałów żrących wg postanowień dekretu o przewozie przesyłek i osób kolejami oraz wg przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Ilość i sposób pobierania próbek jednostkowych oraz sposób przygotowania średniej próbki laboratoryjnej określono w PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1500 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie gęstości należy wykonać areometrem wg PN-66/C-04004.

5.2.2. Oznaczanie zawartości chlorowodoru

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.

b) Oranż metylowy roztwór 0,02-procentowy.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem wlać 15 cm^3 wody i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Następnie wlać pipetą zanurzeniową około 1 cm^3 badanego kwasu, szybko zamknąć kolbę korkiem, zaczekać chwilę i wyrównać ciśnienie przez otwarcie korka i ponownie zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość kolby zmiareczkować 0,5n roztworem wodorotlenku sodowego wobec roztworu oranżu metylowego.

Zawartość chlorowodoru (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01823 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1{,}823}{m} \qquad (1)$$

w którym:

V – objętość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

m – odważka badanego kwasu, g,

0,01823 – ilość chlorowodoru odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych. Do parownicy platynowej zważonej z dokładnością do 0,0002 g odmierzyć 170 cm^3 (200 g) badanego kwasu z dokładnością do 0,5 cm^3. Dodać 2 krople kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Parownicę z pozostałością ogrzać ostrożnie w płomieniu palnika (do zaniku par kwasu siarkowego), a następnie prażyć parownicę przez 5 min w piecu w temperaturze 600°C. Po ostudzeniu w eksykatorze zważyć parownicę ponownie z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nielotnych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{200} = \frac{m_2 - m_1}{2}$$

w którym:

m_1 – masa parownicy, g,

m_2 – masa parownicy z pozostałością po prażeniu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż o 0,0002 g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

b) Kwas solny (1,18) cz.d.a., roztwór 1+20.

c) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Roztwór wzorcowy, zawierający jony SO_4^{2-}, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:90. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg SO_4^{2-}.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do parownicy porcelanowej odmierzyć biuretą 21 cm^3 (25 g) badanego kwasu z dokładnością do 0,05 cm^3, dodać 0,02 g węglanu sodowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Otrzymaną pozostałość rozpuścić w wodzie, przesączyć do cylindra kolorymetrycznego z płaskim dnem, uzupełnić wodą do 20 cm^3. Dalej postępować wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany kwas solny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników jak w próbie badanej oraz dla odczynników:

ch.cz. i cz.d.a. – 0,05 mg SO_4^{2-},

cz. – 0,125 mg SO_4^{2-}.

5.2.5. Oznaczanie zawartości wolnego chloru

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Dwuchromian potasowy ($K_2Cr_2O_7$) cz.d.a.

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

c) Kwas solny (1,18) cz.d.a.

d) o-Tolidyna $(CH_3 \cdot C_6H_3 \cdot NH_2)_2$, cz., roztwór 0,1-procentowy w kwasie solnym: 1 g o-tolidyny o tem-

peraturze topnienia 129°C utrzeć szklaną pałeczką w zlewce z 50 cm^3 kwasu solnego. Przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3, dodać 50 cm^3 kwasu solnego, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Roztwór powinien być klarowny i bezbarwny. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

e) Siarczan miedziowy ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) cz.d.a.

5.2.5.2. Aparatura. Spektrofotometr dla zakresu widzialnego o długości fali 430 nm i kuweta o grubości warstwy 1 cm.

5.2.5.3. Sporządzenie skali sztucznych wzorców

a) Roztwór podstawowy A. W kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 rozpuścić 15 g siarczanu miedziowego i 2,5 g dwuchromianu potasowego w 800cm^3 wody destylowanej. Dodać 20 cm^3 kwasu siarkowego, wymieszać i po ostudzeniu uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

b) Skala sztucznych wzorców. Do 10 kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno z biurety: 1, 2, 3, 4 ... 10 cm^3 roztworu A, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Uzyskana w ten sposób skala sztucznych wzorców odpowiada zawartości wolnego chloru w badanej próbce od 0,00005 do 0,0005%.

5.2.5.4. Wykreślanie krzywej wzorcowej. Pomiaru ekstynkcji skali sztucznych wzorców należy dokonać na spektrofotometrze. Z uzyskanych odczytów sporządzić na papierze milimetrowym wykres zależności ekstynkcji od koncentracji wolnego chloru.

5.2.5.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 wlać 25 cm^3 wody, 1 cm^3 roztworu o-tolidyny i wymieszać. Następnie kalibrowaną pipetą odmierzyć objętość badanego kwasu solnego odpowiadającą 20 g (16,9 cm^3) uważając przy tym, aby koniec pipety był zanurzony pod powierzchnią cieczy w kolbie. Zawartość kolby uzupełnić wodą destylowaną do kreski, dokładnie wymieszać i w czasie nie dłuższym jak 5 min dokonać pomiaru ekstynkcji przygotowanego roztworu w sposób identyczny jak przy skali sztucznych wzorców. Należy wykonać równolegle dwa oznaczania. Zawartość wolnego chloru w procentach odczytać z wykresu.

5.2.5.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczań, między którymi różnica nie przekracza 0,0002 wartości bezwzględnej.

5.2.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb^{2+})

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) cz.d.a., roztwór 3+2.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

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

d) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

e) Woda siarkowodorowa świeżo przygotowana wg PN-68/C-06500.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+}, przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm^3 roztworu zawiera 0,01 mg Pb^{2+}.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Do parownicy porcelanowej odmierzyć biuretą 42 cm^3 (50 g) badanego kwasu ch.cz. albo 21 cm^3 (25 g) kwasu cz.d.a. i cz. z dokładnością do 0,05 cm^3 i odparować do sucha na łaźni wodnej. Do otrzymanej pozostałości dodać 1 cm^3 kwasu solnego i spłukać wodą do cylindra kolorymetrycznego z bezbarwnego szkła z płaskim dnem. Objętość roztworu powinna wynosić około 40 cm^3. Dalej należy postępować wg PN-69/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwas solny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze po 15 min niż zabarwienie przygotowanego równocześnie roztworu wzorcowego, zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników jak w próbce badanej oraz dla odczynników:

ch.cz. i cz.d.a. - 0,025 mg Pb^{2+},
cz. - 0,075 mg Pb^{2+}.

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

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór wodny 10-procentowy.

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

c) Kwas sulfosalicylowy, roztwór wodny 10-procentowy.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+}, przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony w stosunku do 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe^{3+}.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do cylindra kolorymetrycznego z dnem płaskim z bezbarwnego szkła odmierzyć biuretą 8,5 cm^3 (10 g) badanego kwasu z dokładnością do 0,05 cm^3 i zalkalizować około 28 cm^3 roztworu amoniaku wobec papierka lakmusowego. Otrzymany roztwór zakwasić 3 kroplami kwasu solnego, dodać 5 cm^3 kwasu sulfosalicylowego, dokładnie wymieszać, dodać 5 cm^3 roztworu amoniaku i znowu wymieszać. Równocześnie przygotować z roztworu wzorcowego roztwór porównawczy w następujący sposób: do cylindra kolorymetrycznego z płaskim dnem z bezbarwnego szkła dodać 17 cm^3 wody, 3 krople kwasu solnego, 5 cm^3 kwasu sulfosalicylowego oraz dla odczynników:

ch.cz. - 0,005 mg Fe^{3+},
cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+},
cz. - 0,05 mg Fe^{3+}.

Następnie dodać 5 cm^3 roztworu amoniaku, dopełnić wodą do objętości równej objętości próbki badanej i wymieszać.

Badany kwas solny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu wzorcowego.

5.2.8. Oznaczanie zawartości arsenu. W parownicy platynowej odparować 42 cm^3 (50 g) badanego kwasu do objętości 20 cm^3. Po ochłodzeniu przenieść ilościowo do kolby aparatu i dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04511.

Badany kwas odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie krążka bibuły nasyconej roztworem bromku rtęciowego wywołane przez badany kwas solny nie będzie silniejsze od zabarwienia wywołanego przez roztwór porównawczy zawierający te same ilości odczynników oraz dla gatunku:

ch.cz. i cz.d.a. - 0,0025 mg As,
cz. - 0,005 mg As.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6191-90

Dotychczas obowiązująca PN-62/C-80000 zostaje unieważniona z dniem 31 grudnia 1970 r.

3047

1. W punkcie 1.2, zamiast: PN-68/C-04511, powinno być: PN-75/C-04511 zamiast: PN-54/C-80001, powinno być: PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

zamiast: PN/C-80047, powinno być: PN-70/C-80047 Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

zamiast: PN-67/O-79252, powinno być: PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

zamiast: BN-65/6831-13, powinno być: BN-79/6831-13 Opakowania jednostkowe szklane. Butelki typu POCH do odczynników chemicznych.

2. W punkcie 4.1, zamiast: PN-54/C-80001, powinno być: PN-70/C-80001

zamiast: BN-65/6831-13, powinno być: BN-79/6831-13

zamiast: PN-67/O-79252 p. 2.3.6, 2.4.2, 2.4.3, powinno być: PN-76/O-79252 p. 2.3.10, 2.4.2, 2.4.3, 2.4.4; jako ostatnie zdanie należy napisać:

Kwas solny należy przechowywać w pomieszczeniach ciemnych, chronionych przed bezpośrednim działaniem promieniowania słonecznego.

3. W punkcie 5.1, zamiast: PN/C-80047, powinno być: PN-70/C-80047.

zmiana 1 — Biuletyn PKNMiJ nr 4/80 poz. 27 (Biuletyn PKNMiJ nr 11—12/80 poz. 89)

X 51

W całym tekście normy, zamiast: n, powinno być: N.

(Biuletyn PKNMiJ nr 4/80 poz. 27)