

|                                    |                              |                       |
|------------------------------------|------------------------------|-----------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA               | BN-74<br>6191-129     |
|                                    | Odczynniki<br>Chlorek sodowy |                       |
|                                    |                              | Grupa katalogowa X 51 |

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek sodowy ma:

- a) wzór chemiczny — NaCl,
- b) masę cząsteczkową — 58, 44.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki chlorku sodowego:

chemicznie czysty — ch.cz.,  
czysty do analizy — cz.d.a.,  
czysty — cz.

**2.2. Przykład oznaczenia chlorku sodowego chemicznie czystego:**

CHLOREK SODOWY ch.cz. BN-74/6191-129

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Chlorek sodowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub białego krystalicznego proszku słabo higroskopijnego, rozpuszczalnego w wodzie, prawie nierozpuszczalnego w alkoholu.

### 3.2. Wymagania chemiczne

| Wymagania                                                         | Gatunki |         |                     |
|-------------------------------------------------------------------|---------|---------|---------------------|
|                                                                   | ch. cz. | cz.d.a. | cz.                 |
| a) Straty po prażeniu, %, nie więcej niż                          | 0,5     | 1,0     | 1,5                 |
| b) Zawartość chlorku sodowego (NaCl), %, nie mniej niż            | 99,9    | 99,9    | 99,8                |
| c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż      | 0,003   | 0,005   | 0,01                |
| d) pH 5-procentowego roztworu                                     | 5 ÷ 8   | 5 ÷ 8   | nie normalizuje się |
| e) Siarczanów (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ), %, nie więcej niż | 0,002   | 0,003   | 0,01                |

cd. tablicy

| Wymagania                                                         | Gatunki |                     |        |
|-------------------------------------------------------------------|---------|---------------------|--------|
|                                                                   | ch. cz. | cz. d.a.            | cz.    |
| f) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż                       | 0,001   | 0,001               | 0,002  |
| g) Fosforanów (PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ), %, nie więcej niż | 0,0005  | nie normalizuje się |        |
| h) Żelaza (Fe <sup>3+</sup> ), %, nie więcej niż                  | 0,0003  | 0,0005              | 0,001  |
| i) Wapnia (Ca <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż                  | 0,004   | 0,004               | 0,008  |
| j) Potasu (K <sup>+</sup> ), %, nie więcej niż                    | 0,01    | 0,01                | 0,03   |
| k) Magnezu (Mg <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż                 | 0,001   | 0,002               | 0,005  |
| l) Metali ciężkich (Pb <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż         | 0,0005  | 0,0005              | 0,001  |
| ł) Jodków (J <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż                    | 0,002   | 0,008               | 0,012  |
| m) Bromków (Br <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż                  | 0,01    | nie normalizuje się |        |
| n) Baru (Ba <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż                    | 0,003   | 0,003               | 0,01   |
| o) Arsenu (As), %, nie więcej niż                                 | 0,00002 | 0,00005             | 0,0001 |

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chlorek sodowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką, lub podkładką teksturową chronioną folią polietylenową, lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 g, 50 kg.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazały, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego  
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 10 października 1974 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1975 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie strat po prażeniu (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości chlorku sodowego (3.2b),
- c) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- d) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości wapnia (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości potasu (3.2j),
- k) oznaczanie zawartości magnezu (3.2k),
- l) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2l),
- ł) oznaczanie zawartości jodków (3.2ł),
- m) oznaczanie zawartości bromków (3.2m),
- n) oznaczanie zawartości baru (3.2n),
- o) oznaczanie zawartości arsenu (3.2o).

**5.2. Pobieranie próbek.** Średnią próbkę laboratoryjną przygotować zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 550 g.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Oznaczanie strat prażenia.** Około 5,0000 g badanego chlorku sodowego dokładnie roztartego umieścić w tyglu platynowym, uprzednio wyprażonym do stałej masy, i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 400÷500°C do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m - A) \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $m$  — odważka badanego chlorku sodowego, g,  
 $A$  — masa wyprażonej pozostałości, g.

Wyprażoną pozostałość pozostawić do oznaczania zawartości chlorku sodowego wg p. 5.3.2.

### 5.3.2. Oznaczanie zawartości chlorku sodowego (NaCl)

#### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- b) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczania.** Około 0,2000 g wyprażonego chlorku sodowego, z oznaczania wg 5.3.1, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody w kolbie pojemności 250 cm<sup>3</sup>. Do roztworu dodać 1÷2 cm<sup>3</sup> roztworu chromianu potasowego i mieszając miareczkować roztworem azotanu srebra do pierwszej

zmiany żółtego zabarwienia roztworu (do pojawienia się brunatnego zabarwienia roztworu).

Zawartość chlorku sodowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,005844 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- $V$  — objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 $m_1$  — odważka badanego chlorku sodowego, g.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w 500 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517. Otrzymany roztwór dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. powinien być przeźroczysty i bezbarwny.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{A_2 \cdot 100}{50}$$

w którym  $A_2$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

**5.3.4. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu,** 5,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wygotowanej wody i wykonać oznaczenie elektrometryczne.

Badany chlorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu będzie się mieściło w granicach 5÷8 dla gatunku ch.cz. i cz.d.a.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, do roztworu dodać 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego i pozostawić na 1 godz.

Badany chlorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze po upływie 1 godz nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego takie same ilości odczynnika oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,04 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,  
dla odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N)

**5.3.6.1. Odczynniki, roztwory i aparatura** — wg PN-68/C-04527.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w 150 cm<sup>3</sup> wody w kolbie aparatu destylacyjnego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.



**5.3.11. Oznaczanie zawartości potasu ( $K^+$ )** wykonać wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania przygotować 1-procentowy roztwór badanego chlorku sodowego.

**5.3.12. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem ( $Pb^{2+}$ )**

**5.3.12.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515.

**5.3.12.2. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany chlorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,05 mg  $Pb^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $Pb^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $Pb^{2+}$ .

**5.3.13. Oznaczanie zawartości jodków ( $J^-$ )**

**5.3.13.1. Odczynniki i roztwory**

a) Chlorek żelazowy cz. d. a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 100 g chlorku żelazowego rozpuścić w roztworze kwasu solnego (1 + 99) i rozcieńczyć roztworem kwasu solnego do 1000 cm<sup>3</sup>.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 37-procentowy i rozcieńczony 1 + 99.

c) Czterochlorek węgla cz.d.a.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $J^-$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg  $J^-$ .

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Br^-$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 99.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg  $Br^-$ .

**5.3.13.2. Wykonanie oznaczania.** 11,0 g badanego chlorku sodowego dla odczynnika ch.cz. lub 6,0 g dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody w rozdzielaczu pojemności 500 cm<sup>3</sup>. Równocześnie przygotować roztwór w następujący sposób:

1,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w rozdzielaczu w 50 cm<sup>3</sup> wody, do roztworu dodać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,2 mg  $J^-$  i 1 mg  $Br^-$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,4 mg  $J^-$  i 1 mg  $Br^-$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,6 mg  $J^-$  i 1 mg  $Br^-$ .

Następnie dodać do roztworu badanego i porównawczego 2 cm<sup>3</sup> 37-procentowego roztworu kwasu solnego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku żelazo-

wego i pozostawić na 5 min, po czym dodać do roztworów po 10 cm<sup>3</sup> czterochlorku węgla i wytrząsnąć przez 5 min. Po rozdzieleniu warstw, warstwę wodną dla odczynnika ch.cz. pozostawić do oznaczania zawartości bromków (p. 5.3.14).

Badany chlorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe fioletowe zabarwienie warstwy czterochlorku węgla roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy czterochlorku węgla roztworu porównawczego.

**5.3.14. Oznaczanie zawartości bromków ( $Br^-$ )**

**5.3.14.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1—1 i 1—3.

b) Tlenek chromowy (IV) cz.d.a., przygotowany w następujący sposób: 10 g tlenku chromowego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego 1 : 3.

c) Czterochlorek węgla cz.d.a.

**5.3.14.2. Wykonanie oznaczania.** Wodne warstwy otrzymane przy oznaczaniu jodków do odczynnika ch.cz. (p. 5.3.13) przejąć dwiema porcjami po 10 cm<sup>3</sup> czterochlorku węgla po rozdzieleniu warstw, warstwę czterochlorku węgla odrzucić. Do warstwy wodnej dodać po 10 cm<sup>3</sup> wody, 65 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego (1 : 1), 15 cm<sup>3</sup> roztworu tlenku chromowego pozostawić na 5 min. Następnie dodać po 10 cm<sup>3</sup> czterochlorku węgla i wytrząsać przez 1 min. W razie potrzeby po rozdzieleniu się warstw przesączyć warstwę czterochlorku węgla przez suchy sączek.

Badany chlorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółto-brunatne zabarwienie warstwy czterochlorku węgla roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy czterochlorku węgla roztworu porównawczego.

**5.3.15. Oznaczanie zawartości baru ( $Ba^{2+}$ )**

**5.3.15.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 16-procentowy.

b) Alkohol etylowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający  $Ba^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Ba^{2+}$ .

**5.3.15.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego chlorku sodowego rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody (w razie potrzeby roztwór przesączyć), dodać 5 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego, 0,6 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja badanego roztworu po upływie 30 min nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygo-

