

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Odczynniki	6191-152
	Węglan sodowo-potasowy bezwodny	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest węglan sodowo-potasowy bezwodny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan sodowo-potasowy bezwodny ma:

- a) wzór chemiczny $K_2CO_3 + Na_2CO_3$,
- b) masę cząsteczkową 244,20,
- c) synonimy - węglan potasowo-sodowy bezwodny.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, w normie ustalono trzy gatunki węglanu sodowo-potasowego bezwodnego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu sodowo-potasowego bezwodnego chemicznie czystego:

WĘGLAN SODOWO-POTASOWY BEZWODNY ch.cz.
BN-77/6191-152

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan sodowo-potasowy bezwodny powinien mieć postać białego proszku rozpuszczalnego w wodzie i powinien być mieszaniną składającą się z 1 części Na_2CO_3 i 1,3 części K_2CO_3 .

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
a) Zawartość węglanu sodowo-potasowego bezwodnego $Na_2CO_3 + K_2CO_3$, % w preparacie wyprażonym, w granicach	99÷101	99÷101	99÷101
b) Straty przy prażeniu, %, nie więcej niż	0,8	3,0	6,0
c) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
d) Zawartość chlorków (Cl'), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
e) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
f) Zawartość azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
g) Zawartość krzemianów (SiO_2^{2-}), %, nie więcej niż	0,003	0,003	nie normalizuje się
h) Zawartość fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,001	0,003	0,005
i) Zawartość glinu (Al^{3+}), %, nie więcej niż	0,0015	nie normalizuje się	nie normalizuje się
j) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
k) Zawartość wapnia i magnezu (w przeliczeniu na Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,01	0,02
l) Zawartość metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0015	0,0015
m) Zawartość arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,00003	0,00005	0,00005

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 9 marca 1978 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1978 poz. 51)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Węglan sodowo-potasowy bezwodny 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 tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

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

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości węglanu sodowo-potasowego bezwodnego (3.2a),
- oznaczanie strat przy prażeniu (3.2b),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2.d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2f),
- oznaczanie zawartości krzemianów (3.2g),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2h),
- oznaczanie zawartości glinu (3.2i),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),
- oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (3.2k),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2l),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2m).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. pobierać zgodnie z wytycznymi wg PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii – nie więcej niż 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej – 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych – wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczbę próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

- wielkość próbki ogólnej – równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej – 400 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości węglanu sodowo-potasowego bezwodnego (w przeliczeniu na NaKCO_3) i strat przy prażeniu

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. lub siarkowy cz.d.a, 1N roztwór.
- Oranż metylowy, wskaźnik, 1-procentowy roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego umieścić w tyglu platynowym uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g.

Tygiel umieścić na łożni piaskowej tak, aby poziom piasku nie był poniżej preparatu w tyglu i ogrzewać stopniono do $270 \div 300^\circ\text{C}$ (termometr umieścić w piasku obok tygla). W tej temperaturze preparat zostaje wyprażony do stałej masy. Wyprażoną pozostałość rozpuścić w 50 cm^3 wody i miareczkować 1N roztworem kwasu solnego lub siarkowego, w obecności oranżu metylowego, do pierwszej zmiany barwy. Następnie roztwór ogrzać do wrzenia i gotować przez $2 \div 3$ min w celu odpędzenia CO_2 . Po oziębieniu, w przypadku ponownego wystąpienia żółtego zabarwienia, domiareczkować roztwór do poprzedniego pomarańczowego zabarwienia.

Zawartość węglanu sodowo-potasowego bezwodnego (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,06105 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V – objętość ściśle 1N roztworu kwasu zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m – masa wyprażonej pozostałości, g,

0,06105 – ilość NaKCO_3 odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1N roztworu kwasu, g.

5.3.2. Straty przy prażeniu (X_1) obliczyć w procentach według wzoru

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

w którym:

m_1 – masa odważki węglanu sodowo-potasowego, bezwodnego, g,

m_2 – masa wyprażonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 250 cm^3 gorącej wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

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

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{25,0} \quad (3)$$

w którym: a – masa wysuszonej pozostałości w gramach.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04518.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego przepażyć w temperaturze słaboczerwonego żaru. Pozostałość rozpuścić w małej ilości wody, do roztworu dodać 4 cm³ kwasu azotowego cz. d. a. (1,15), a następnie uzupełnić wodą do objętości 30 cm³. Z roztworu odpędzić CO_2 przez ogrzanie do wrzenia. Po oziębieniu uzupełnić roztwór do objętości 40 cm³ i w razie potrzeby przesączyć. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518, sposób A.

Badany węglan sodowo-potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch. cz. – 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. d. a. – 0,025 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. – 0,05 mg Cl^- .

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

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04519 oraz p-Nitrofenol 0,2-procentowy roztwór.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 10 cm³ wody, dodać 1÷2 kropli p-nitrofenolu i zobojętnić roztworem kwasu solnego.

Uzupełnić objętość roztworu do 25 cm³, dodać 0,25 cm³ kwasu solnego oraz 3 cm³ chlorku barowego.

Badany węglan sodowo-potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po 15 min w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch. cz. – 0,02 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. d. a. – 0,05 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. – 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N^+)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04527.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 150 cm³ wody w kolbie aparatu destylacyjnego, dodać 1 g stopu Dewarda i dalej postępować wg PN-68/C-04527 p. 2.4.

Badany węglan sodowo-potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego te same ilości odczynnika oraz:

- dla odczynnika ch. cz. – 0,02 mg N^+ ,
- dla odczynnika cz. d. a. – 0,04 mg N^+ ,
- dla odczynnika cz. – 0,08 mg N^+ .

5.3.7. Oznaczanie zawartości krzemianów (SiO_2^{2-})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Woda redestylowana.
- b) Kwas solny cz. d. a. (1,18) i roztwór 4N, przygotować przez rozcieńczenie 330 cm³ kwasu solnego 1,18 w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.
- c) Kwas siarkowy cz. d. a., roztwór 9N, przygotować przez rozcieńczenie 250 cm³ kwasu siarkowego 1,83 w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.
- d) Kwas borny cz. d. a., roztwór nasycony w temperaturze pokojowej (48 g/1000 cm³).
- e) Kwas szczawiowy cz. d. a., 10-procentowy roztwór.
- f) Kwas fluorowodorowy, 14-procentowy roztwór.
- g) Molibdenian sodu lub amonu cz. d. a., 14-procentowy roztwór przygotować w zlewce polietylenowej w temperaturze 50°C. Po ochłodzeniu przesączyć i uzupełnić wodą.
- h) Dwutlenek krzemu cz. d. a., wyprażony uprzednio w ciągu 1 h w temperaturze 1000°C i ostudzony w eksykatorze nad pięciotlenkiem fosforu.

i) Roztwór wzorcowy zawierający dwutlenek krzemu przygotować w następujący sposób: 1,0000 g wyprażonego dwutlenku krzemu rozpuścić w 20 cm³ roztworu ługu sodowego 27-procentowego w zlewce polietylenowej na łaźni wodnej, całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu wzorcowego podstawowego zawiera 1 mg SiO_2 .

Roztwór roboczy przygotować przez rozcieńczenie roztworu wzorcowego podstawowego 10 + 990. 1 cm³ otrzymanego roztworu zawiera 0,01 mg SiO_2 .

j) Fenolftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

k) Mieszanina redukująca przygotowana w następujący sposób: rozpuścić 7,0 g bezwodnego siarczynu sodowego cz. d. a. w 50 cm³ wody. Następnie dodać 1,5 g kwasu 1-amino-2-naftolo-4-sulfonowego i rozpuścić mieszając (Roztwór I).

Rozpuścić 9,0 g pirosiarczynu sodowego bezwodnego w 90,0 cm³ wody (Roztwór II).

Zmieszać roztwór I i II i przesączyć do zimnej butelki.

Roztwór ten można przechowywać w okresie 2÷3 tygodni.

5.3.7.2. Aparatura i przyrządy

- Fotokolorymetr.
- Filtr o długości fali 795 nm.
- Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.
- Fehametr.

5.3.7.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. W zlewkach z polietylenu przygotować roztwory robocze zawierające 0,01; 0,02; 0,05; 0,073; 0,1 mg SiO_2 . Dodać $0,5 \text{ cm}^3$ kwasu fluorowodorowego, wymieszać i ogrzać w ciągu 5 min na łaźni wodnej. Zawartość zlewki rozcieńczyć wodą do 25 cm^3 , dodać 4 cm^3 4N roztworu kwasu solnego, 20 cm^3 roztworu kwasu borowego i 10 cm^3 roztworu molibdenu sodowego, wymieszać i pozostawić na 10 min.

Następnie sprawdzić pH roztworu, które powinno wynosić $1,1 \pm 0,1$. Dodać, mieszając, 5 cm^3 kwasu szczawowego, pozostawić na 5 min i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 . Następnie dodać 2 cm^3 mieszaniny redukującej (wg 5.3.7.1k), uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Po 10 min przelać roztwór do kuwety i mierzyć absorbancję przy długości fali $765 \div 795 \text{ nm}$, stosując jako odnośnik roztwór kontrolny. Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości SiO_2 w miligramach.

5.3.7.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a., a 0,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 20 cm^3 wody redestylowanej, dodać $0,1 \text{ cm}^3$ fenoloftaleiny i zobojętnić 4N roztworem kwasu solnego, dodać $0,5 \text{ cm}^3$ kwasu fluorowodorowego, wymieszać, ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 5 min i dalej postępować jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Równocześnie przygotować roztwór kontrolny. Zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu po upływie 10 min, stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm, przy długości fali $765 \div 795 \text{ nm}$, nastawiając zero kolorymetru na równocześnie przygotowany roztwór kontrolny. Stężenie SiO_2 w badanej próbce odczytać z krzywej wzorcowej w miligramach. Wszystkie czynności powinny być wykonane w naczyniach polietylenowych. Szkło (naczynia i butelki) należy myć gorącą mieszaniną chromową i dobrze płukać wodą redestylowaną.

Zawartość SiO_2 (X_3) w badanym węglanie sodowo-potasowym bezwodnym obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_3 \cdot 1000} = \frac{a_1}{m_3 \cdot 10} \quad (4)$$

w którym:

a_1 – stężenie SiO_2 odczytane z krzywej wzorcowej mg,

m_3 – odważka badanego węglanu sodowo-potasowego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu kontrolnego dodać

dla odczynnika ch.cz. – $0,03 \text{ mg SiO}_2^{2-}$,
dla odczynnika cz.d.a. – $0,03 \text{ mg SiO}_2^{2-}$.

5.3.8. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04503

p. 2.3.2.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 10 cm^3 wody i dodać $1 \div 2$ kropli p-nitrofenolu. Roztwór zadać $7,5 \text{ cm}^3$ kwasu azotowego i przez zagotowanie do wrzenia odpędzić CO_2 , po oziębieniu uzupełnić roztwór do objętości 15 cm^3 , dodać 10 cm^3 odczynnika do oznaczania fosforanów i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany węglan sodowo-potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie badanego roztworu po 10 min nie będzie intensywniejsze od żółtego zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz:

dla odczynnika ch.cz. – $0,02 \text{ mg PO}_4^{3-}$,
dla odczynnika cz.d.a. – $0,06 \text{ mg PO}_4^{3-}$,
dla odczynnika cz. – $0,1 \text{ mg PO}_4^{3-}$.

5.3.9. Oznaczanie zawartości glinu (Al^{3+})

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Kwas askorbinowy cz.d.a., 1-procentowy roztwór.
- Octan amonowy cz.d.a., 25-procentowy roztwór.
- Aluminon specjalnie cz., 1-procentowy roztwór.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Al^{3+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10 + 990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $0,01 \text{ mg Al}^{3+}$.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego dla odczynnika ch.cz. rozpuścić w 20 cm^3 wody, zobojętnić kwasem solnym i zagotować, odpędzić CO_2 przez wygotowanie. Następnie ochłodzić, dodać 1 cm^3 kwasu askorbinowego, 1 cm^3 octanu amonowego, 1 cm^3 roztworu aluminonu, wymieszać i pozostawić na 10 min.

Badany węglan sodowo-potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz dla odczynnika ch.cz. – $0,015 \text{ mg Al}^{3+}$.

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

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory – wg FN-75/C-04521/02 p. 4 oraz kwas solny cz. d. a. 1, 12.

5.3.10.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50 cm^3 : 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg Fe. Każdy z tych roztworów umieścić w zlewce pojemności 250 cm^3 .

Do roztworów dodać $0,2 \text{ cm}^3$ roztworu kwasu solnego, 5 cm^3 chlorowodoru hydroksyloaminy.

Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10 cm^3 roztworu kwasu cytrynowego, 5 cm^3 roztworu 2,2'-dwupirydyli.

Następnie przenieść ilościowo roztwory do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Po 30 min przelać roztwór do kuwety i mierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm.

Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydyli.

5.3.10.3. Aparatura i przyrządy

- Fotokolorometr.
- Filtr purpurowo-czerwony – długość fali 540 nm.
- Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 20 cm^3 wody i zubożyć kwasem solnym.

Roztwór ogrzać do wrzenia w celu odpędzenia CO_2 . Następnie ochłodzić i dalej postępować wg PN-75/C-04521/02 p. 4.

Zawartość żelaza (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_4 \cdot 1000} = \frac{a_2 \cdot 10}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

- a_2 – zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm^3 ,
 m_4 – odważka badanego produktu, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu wzorcowego dodać:

- dla odczynnika ch. cz. – 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. d. a. – 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. – 0,02 mg Fe^{3+} .

5.3.11. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (Mg^{2+})

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
- Wersenian dwusodowy cz. d. a., roztwór 0,01M przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Roztwór buforowy o pH $9,5 \div 10,0$ przygotowany wg PN-68/C-04950.

d) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950.

e) Papierki lakmusowe.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10 + 990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 90 cm^3 wody, roztwór zubożyć kwasem solnym wobec papierka lakmusowego, ogrzać do wrzenia i ostrożnie gotować przez 5 min, po czym oziębować.

Następnie do roztworu dodać, ciągle mieszając, 1 cm^3 roztworu zawierającego 0,1 mg Mg^{2+} , 5 cm^3 roztworu buforowego, 0,1 g mieszaniny wskaźnika czerni eriochromowej T i miareczkować z mikrobiurety roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia fioletowego zabarwienia roztworu w niebieskie.

Równocześnie należy miareczkować roztwór kontrolny zawierający w tej samej objętości 1 cm^3 roztworu zawierającego 0,1 mg Mg^{2+} , te same ilości roztworu buforowego i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy magnezu i wapnia (w przeliczeniu na Mg^{2+}) (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0002432 \cdot 100}{m_5} \quad (6)$$

w którym:

- V_1 – objętość ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania badanego roztworu, cm^3 ,
 V_2 – objętość ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania kontrolnego roztworu, cm^3 ,
0,0002432 – ilość magnezu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01M wersenianu dwusodowego, g,
 m_5 – odważka badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego, g.

W razie potrzeby, do wyniku oznaczania należy wprowadzić poprawkę na zawartość magnezu i wapnia w kwasie solnym, oznaczoną w próbie kontrolnej w pozostałości po odparowaniu do sucha 10 cm^3 roztworu kwasu solnego.

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

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. d. a. (1, 12).
- Kwas octowy cz. d. a., 10-procentowy roztwór.
- Winian sodowo-potasowy cz. d. a., 20-procentowy roztwór.

d) Tioacetamid 2-procentowy roztwór.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10 + 990.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 10 cm^3 wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego i ogrzać do wrzenia, odpędzić CO_2 przez gotowanie i ochłodzenie. Do roztworu dodać 1 cm^3 kwasu octowego, 1 cm^3 winianu sodowo-potasowego, 5 cm^3 wodorotlenku sodowego oraz 1 cm^3 tioacetamidu. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 20 cm^3 .

Badany węglan sodowo-potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch. cz. - 0,01 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. d. a. - 0,03 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,03 mg Pb^{2+} .

5.3.13. Oznaczanie zawartości arsenu (As^{3+})

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy zawierający jony As^{3+} przygotowany wg PN-68/C-06500.

1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg As^{3+} .

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony As^{3+} roboczy. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 odmierzyć 25 cm^3 roztworu wzorcowego podstawowego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 0,0025 mg As^{3+} .

c) Chlorek cynawy $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ cz. d. a., roztwór 40-procentowy w roztworze kwasu solnego (3+1).

d) Cynk metaliczny do oznaczania arsenu cz. d. a.

e) Jodek potasowy cz. d. a. roztwór 15-procentowy.

f) Dwuetylodwutiokarbaminian srebra $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N} \cdot \text{CSSAg}$ cz. d. a. (AgDDTK) roztwór 0,5-procentowy. Rozpuścić 1,00 g AgDDTK w 200 cm^3 pirydyny cz. d. a. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła. Roztwór jest trwały przez około 2 tygodnie.

g) Kwas siarkowy cz. d. a., roztwór około 15N (90 cm^3 wody + 100 cm^3 kwasu siarkowego).

h) Kwas solny cz. d. a. (1,19).

i) Wata nasycona octanem ołowianym przygotowana wg PN-68/C-06500.

5.3.13.2. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do kolb stożkowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno 0; 1; 2; 4; 6; 8 cm^3 roztworu wzorcowego roboczego przygotowanego wg 5.3.13.1b), co odpowiada 0,000; 0,0025; 0,005; 0,01; 0,015; 0,020 mg As. Następnie dodać 10 cm^3 stężonego kwasu solnego lub 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (15N) i uzupełnić kolejno wodą destylowaną do objętości 40 cm^3 . Dodać 2 cm^3 roztworu jodku potasowego, 2 cm^3 roztworu chlorku cynawego i odstawić na 15 min. W nasadce zestawu umieścić watę nasyconą octanem ołowianym, a w absorberze zestawu 5 cm^3 roztworu AgDDTK.

Po 15 min do kolby stożkowej z roztworem wrzucić 5 g cynku metalicznego i szybko połączyć z nasadką i absorberem zestawu. Czas trwania reakcji - 45 min. Po zakończeniu reakcji przenieść roztwór AgDDTK do kuwety i zmierzyć absorbancję przy długości fali 540 nm. Z otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości arsenu w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór pirydynowy AgDDTK. Krzywą wzorcową należy wykreślać raz na trzy miesiące lub przy każdorazowej zmianie odczynników.

5.3.13.3. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego węglanu sodowo-potasowego bezwodnego rozpuścić w 25 cm^3 wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego (1,19), ogrzać do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 5 min w celu odpędzenia CO_2 , następnie ochłodzić i dodać 10 cm^3 kwasu solnego (1,19) i uzupełnić wodą do objętości 40 cm^3 , dodać 2 cm^3 jodku potasowego, 2 cm^3 chlorku cynawego i dalej postępować jak przy sporządzeniu krzywej wzorcowej.

Zawartość arsenu w próbce analitycznej odczytać z krzywej wzorcowej.

Oddzielnie należy wykonać próbę kontrolną z wszystkimi odczynnikami używanymi do przygotowania próbki analitycznej do oznaczania arsenu.

Zawartość arsenu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_3 \cdot 100}{m_6 \cdot 1000} = \frac{a_3}{m_6 \cdot 10} \quad (7)$$

w którym:

a_3 - zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm^3 ,

m_6 - odważka badanego produktu, g.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.

2. Normy związane

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

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

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

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

3. Dokumenty międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego RWPG PC 4875-75 Реактивы. Калий - натрий углекислый безводный.

4. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-53/MPCh/BP-67.

5. Symbol wg SWW

ch.cz. 1331 - 43,

cz.d.a. 1331 - 11,

cz. 1331 - 42.