

|                                    |                                           |                       |
|------------------------------------|-------------------------------------------|-----------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA                            | BN-71<br>6191-99      |
|                                    | Odczynniki<br>Czteroboran sodowy (boraks) |                       |
|                                    |                                           | Grupa katalogowa X 51 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest czteroboran sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Czteroboran sodowy ma:

- wzór chemiczny  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ,
- masę cząsteczkową 381,37 (1961),
- inną nazwę - boraks.

1.2. Zakres stosowania normy. Czteroboran sodowy stosowany jest jako odczynnik chemiczny, do wyrobów perfumeryjnych, kosmetycznych i w fotografice.

1.3. Normy związane

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

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/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej  
PN-64/0-79021 System wymiarowy opakowań

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki czteroboranu sodowego:

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

2.2. Przykład oznaczania czteroboranu sodowego chemicznie czystego:

CZTEROBORAN SODOWY ch.cz. BN-71/6191-99

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Czteroboran sodowy ma postać przezroczystych bezbarwnych kryształów lub białego krystalicznego proszku bez zapachu. Rozpuszczalny w wodzie, wietrzeje na powietrzu.

3.2. Wymagania chemiczne

| Wymagania                                                                                     | Gatunki    |            |                     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|------------|------------|---------------------|
|                                                                                               | ch.cz.     | cz.d.a.    | cz.                 |
| a) czteroboranu sodowego ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ), % | 99,5÷100,5 | 99,5÷100,5 | 98,5÷101,0          |
| b) substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, nie więcej niż                           | 0,003      | 0,005      | 0,02                |
| c) węglanów ( $\text{CO}_3^{2-}$ )                                                            | wg 5.2.3   |            | nie normalizuje się |
| d) siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż                                       | 0,005      | 0,01       | 0,03                |
| e) fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż                                       | 0,001      | 0,005      | nie normalizuje się |
| f) chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż                                              | 0,0005     | 0,002      | 0,005               |
| g) żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej                                                 | 0,0003     | 0,0005     | 0,001               |
| h) wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %, nie więcej niż                                             | 0,005      | 0,01       | nie normalizuje się |
| i) arsenu (As), %, nie więcej niż                                                             | 0,0001     | 0,0005     | 0,001               |
| j) metali ciężkich w przeliczeniu na $\text{Pb}^{2+}$ , %, nie więcej niż                     | 0,0005     | 0,001      | 0,002               |

Zakłady Elektrochemiczne Zabkowice

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 29 marca 1971 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu towarowego od dnia 1 października 1971 r.  
(Mon. Pol. nr 36/1971 poz. 237)

#### 4. PAKOWANIE I PRZECZYSZCZANIE

**4.1 Pakowanie.** Czteroboran sodowy należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001. Jako opakowania należy stosować bębny tekturowe powlekane szkłem wodnym, umieszczając wewnątrz worki polietylenowe pojemności 30 kg, oraz słoiki ze szkła oranżowego, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową, pojemności 100, 250, 500 i 1000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, o ile przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od wymienionego opakowania i ma wymiary zgodne z PN-64/0-79021.

**4.2. Przechowywanie.** Czteroboran sodowy należy przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001, w zamkniętych opakowaniach w suchych pomieszczeniach.

#### 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Próbkę należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 400 g.

##### 5.2. Opis badań

##### 5.2.1. Oznaczanie zawartości czteroboranu sodowego

###### 5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. roztwór 0,1n.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla.

**5.2.1.2. Wykonanie oznaczania** około 0,5000 g badanego czteroboranu sodowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej w kolbie stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup> i miareczkować 0,1n roztworem kwasu solnego w obecności oranżu metylowego do zmiany barwy roztworu na różowo-pomarańczową.

Zawartość czteroboranu sodowego ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01907 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 0,01907 - ilość czteroboranu sodowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego, g,  
 m - odważka badanego czteroboranu sodowego, g.

##### 5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym

###### 5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. roztwór 25-procentowy.
- Woda destylowana.
- Azotan srebra, roztwór 0,1n.

**5.2.2.2. Wykonanie oznaczania.** 50,00 g badanego czteroboranu sodowego rozpuścić, ogrzewając w 450 cm<sup>3</sup> wody destylowanej w zlewce pojemności 600 cm<sup>3</sup>.

Do roztworu dodać 25 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i ogrzewać przez 1 godz na łaźni wodnej, a następnie przesączyć przez wysuszony do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C i zważyć z dokładnością do 0,0002 g tygiel szklany do sączenia G4.

Pozostałość na tyglu szklanym przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl (próba z azotanem srebra) i suszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza dla odczynnika:

- ch.cz. - 1,5 mg,  
 cz.d.a. - 2,5 mg,  
 cz. - 10 mg.

##### 5.2.3. Oznaczanie zawartości węglanów

###### 5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Woda destylowana.

**5.2.3.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g czteroboranu sodowego umieszczonego w zlewce szklanej pojemności 50 cm<sup>3</sup> rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, ogrzewając i stale mieszając. Następnie do gorącego roztworu dodać ostrożnie po kropli 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego.

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. nie zauważy się wydzielania pęcherzyków gazu.

##### 5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów

###### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Roztwór wzorcowy siarczanów przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990; 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

**5.2.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g czteroboranu sodowego rozpuścić ogrzewając, w 30 cm<sup>3</sup> wody. Po ostudzeniu roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego. Następnie dodać 1 cm<sup>3</sup> nadmiaru kwasu solnego, 3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego i wymieszać.

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze po upływie 30 min niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości, po dodaniu 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, 3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego oraz:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,  
 dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,  
 dla odczynnika cz. - 0,3 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

##### 5.2.5. Oznaczanie zawartości fosforanów

###### 5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy (1,4) cz.d.a. oraz roztwór 25-procentowy.

b) Metawanadan amonowy ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) cz.d.a., roztwór: 2,5 g metawanadanu amonowego rozpuścić w 500  $\text{cm}^3$  wrzącej wody, po oziębieniu dodać 20  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego (1,4) i uzupełnić wodą do 1  $\text{dm}^3$ .

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

d) Mieszanina reagująca: mieszać równe ilości następujących roztworów w następującej kolejności: kwasu azotowego, metawanadanu amonowego, molibdenianu amonowego.

e) Roztwór wzorcowy fosforanów przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

**5.2.5.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego czteroboranu sodowego rozpuścić w 12  $\text{cm}^3$  gorącej wody. Po ochłodzeniu roztwór zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu azotowego wobec papierka lakmusowego, dodać 1  $\text{cm}^3$  nadmiaru kwasu, rozcieńczyć wodą do 15  $\text{cm}^3$  w cylindrze kolorymetrycznym pojemności 100  $\text{cm}^3$ , dodać 10  $\text{cm}^3$  mieszaniny reagującej, po czym rozcieńczyć roztwór wodą do objętości 50  $\text{cm}^3$ .

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze po 1 min niż zabarwienie przygotowanego równocześnie roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 1  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego (1,4) 10  $\text{cm}^3$  mieszaniny reagującej oraz:

dla odczynnika chemicznie czystego - 0,01 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

#### **5.2.6. Oznaczanie zawartości chlorków**

##### **5.2.6.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas azotowy (1,15) cz.d.a. i roztwór 1-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Roztwór wzorcowy chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl.

**5.2.6.2. Wykonanie oznaczania.** 2,0 g badanego czteroboranu sodowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 40  $\text{cm}^3$  gorącej wody. Roztwór oziębować, zobojętnić kwasem azotowym i dodać 4  $\text{cm}^3$  nadmiaru roztworu kwasu azotowego. Roztwór przesączyć przez bezpopiołowy sączek, uprzednio przemyty gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy, dokładnie przemyć 1-procentowym roztworem kwasu azotowego do zaniku reakcji na jony chlorkowe (próba z azotanem srebra). Do przesączu dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze nie będzie silniejsza po 20 min, niż opalizacja równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 4  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego, 1  $\text{cm}^3$  azotanu srebra oraz:

dla odczynnika ch.c. - 0,01 mg Cl,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Cl,

dla odczynnika cz. - 0,10 mg Cl.

#### **5.2.7. Oznaczanie zawartości żelaza**

##### **5.2.7.1. Odczynniki i roztwory**

a) Alkohol izoamylowy cz.d.a.

b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

d) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

e) Roztwór wzorcowy żelaza przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990. 1  $\text{cm}^3$  tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

**5.2.7.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego czteroboranu sodowego rozpuścić w 40  $\text{cm}^3$  wody ogrzewając, następnie dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu azotowego i gotować przez 2 min. Po oziębieniu roztworu, dodać 0,5  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego oraz 4  $\text{cm}^3$  roztworu rodanku amonowego i uzupełnić objętość roztworu wodą do 50  $\text{cm}^3$ , dodać 10  $\text{cm}^3$  alkoholu izoamylowego i ponownie wymieszać.

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie silniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu porównawczego zawierającego 0,5  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego, 4  $\text{cm}^3$  rodanku amonowego i wody w tej samej objętości co badana próba oraz:

dla odczynnika ch.c. - 0,006 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

#### **5.2.8. Oznaczanie zawartości wapnia**

##### **5.2.8.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny, roztwór 1n,

b) Mureksyd cz.d.a., roztwór 0,05-procentowy trwały przez 1-2 dni.

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 1n.

d) Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany wg PN-68/C-06500 rozcieńczony w stosunku 10 + 990. 1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Ca}^{2+}$ .

**5.2.8.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego czteroboranu sodowego rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody, lekko ogrzewając. Po ostudzeniu roztworu, zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej do 100  $\text{cm}^3$  i wymieszać. 10  $\text{cm}^3$  roztworu (0,1 g) przełożyć do próbki z bezbarwnego szkła pojemności 35  $\text{cm}^3$ , dodać mieszając 1,5  $\text{cm}^3$  roztworu wodorotlenku sodowego i 1  $\text{cm}^3$  roztworu mureksydu. pH roztworu badanego przed dodaniem mureksydu powinno wynosić 13. Nieznikający w ciągu 2 min różowy odcień różowo-fioletowego zabarwienia badanego roztworu, porównywalny w świetle przechodzącym na tle mlecznego szkła, nie może być intensywniejszy

od zabarwienia roztworu wzorcowego równocześnie przygotowanego i zawierającego w tej samej objętości 1,5 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,005 mg Ca<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Ca.

#### 5.2.9. Oznaczanie zawartości arsenu

##### 5.2.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego czteroboranu sodowego umieścić w kolbie aparatu do oznaczania arsenu i rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody ogrzewając. Po oziębieniu, zubożyć 10-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego. Badanie wykonać wg PN-68/C-04511 p.2.6.

Czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie krążka nasyconego roztworem bromku rtęciowego wywołane przez arsenowodor nie jest silniejsze od zabarwienia wywołanego przez równocześnie przygotowany roztwór porównawczy zawierający te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz - 0,0005 mg As,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,0025 mg As,  
dla odczynnika cz. - 0,005 mg As.

#### 5.2.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorek (Pb<sup>2+</sup>)

#### 5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.  
b) Woda siarkowodorowa przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.40.

c) Roztwór wzorcowy ołowiu przygotowany z octanu ołowianego wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.36 rozcieńczony w stosunku 1 + 99. 1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb<sup>2+</sup>.

Rozcieńczony roztwór wzorcowy ze względu na nietrwałość powinien być przyrządzony bezpośrednio przed użyciem.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 4,0 g badanego czteroboranu sodowego rozpuścić w 35 cm<sup>3</sup> wody ogrzewając. Po oziębieniu zubożyć roztwór kwasem octowym wobec papierka lakmusowego. Następnie dodać 1 cm<sup>3</sup> nadmiaru kwasu octowego i 10 cm<sup>3</sup> wody siarkowodorowej, dokładnie wymieszać.

Badany czteroboran sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie jest intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego te same ilości wody, kwasu octowego, wody siarkowodorowej oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Pb,  
dla odczynnika cz. 0,08 mg Pb,  
dla odczynnika cz.d.a. 0,04 mg Pb.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE do PN-71/6191-99

1. Dotychczasowe normy. Niniejszą normę opracowano na podstawie PN/C- 80273, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany:

- oznaczanie części nierozpuszczalnych w kwasie solnym zamiast w wodzie,
- oznaczanie fosforanu dla gatunku ch.cz. i cz.d.a.,
- oznaczanie wapnia dla gatunku ch.cz. i cz.d.a,
- zaostrzono zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym w gatunku ch.cz. i cz.d.a.

czalnych w kwasie solnym w gatunku ch.cz. i cz.d.a.

#### 2. Zalecenia normalizacyjne

RWPG PC 1131-67 Реактивы. Натрийтетраборноокислый (Бупа)

3. Symbol wg SWW: cz.d.a. - 1331, ch.cz. - 1331-435, cz. 1331-425, boraks kosmetyczny - 1324-382.