

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76 6191-147
	Odczynniki Kwaśny węglan potasowy	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwaśny węglan potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwaśny węglan potasowy ma:

- a) wzór chemiczny - KHCO_3 ,
- b) masę cząsteczkową - 101,11 (1953 r.).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównych składników i zanieczyszczeń ustalono trzy gatunki kwaśnego węglanu potasowego oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwaśnego węglanu potasowego chemicznie czystego:

KWAŚNY WĘGLAN POTASOWY ch.cz. BN-76/6191-147

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwaśny węglan potasowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów lub białego krystalicznego proszku, łatwo rozpuszczać się w wodzie, bardzo trudno w alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Kwaśnego węglanu potasowego (KHCO_3), %, nie mniej niż	99,5	98,5	98,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w H_2O , %, nie więcej niż	0,003	0,01	0,02
c) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,003
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,002	0,005
e) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,0015	0,0015	0,002
f) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
h) Magnezu i wapnia (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
i) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
j) Sodiu (Na^+), %, nie więcej niż	0,02	0,2	nie normalizuje się
k) Krzemianów (SiO_2^{2-}),	0,005	0,006	0,01
l) Glinu (Al^{3+})	0,0008	0,0008	0,002
m) Arsenu (As^{3+})	0,0001	0,0002	0,0004
n) Węglanu potasowego (K_2CO_3)	wg p. 5.2.14		

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 14 maja 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1976 poz. 68)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwaśny węglan potasowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania - słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: gatunek ch.cz. i cz.d.a. - 50, 100, 250, 500 g,

gatunek cz. - 250, 500, 750 g, 1 i 2 kg.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości podstawowego składnika (3.2 a),

b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnej w H_2O (3.2 b),

c) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2c),

d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),

e) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2e),

f) oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),

g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),

h) oznaczanie zawartości magnezu i wapnia (3.2h),

i) oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}) (3.2i),

j) oznaczanie zawartości sodu (3.2j),

k) oznaczanie zawartości krzemianów (3.2k),

l) oznaczanie glinu (3.2l),

m) oznaczanie arsenu (3.2m),

n) oznaczanie węglanu potasowego (3.2n).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z wytycznymi PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku czysty, należy stosować wytyczne PN-68/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii - 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej - 100 g,

c) liczba próbek jednostkowych wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii, sztuk	Liczba próbek jednostkowych sztuk
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
101 ÷ ponad	10

d) wielkość próbki ogólnej równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej - 220 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości kwaśnego węglanu potasowego ($KHCO_3$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana nie zawierająca węglanów, przygotowana wg PN-68/C-06500.

b) Kwas solny cz.d.a. 1 N roztwór.

c) Oranż metylowy - 0,04-procentowy roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g badanego węglanu potasowego odważyć w naczynku wagowym i rozpuścić w kolbie stożkowej w 50 cm^3 wody destylowanej, dodać trzy krople roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem 1 N kwasu solnego do wyraźnej, pierwszej zmiany zabarwienia (zabarwienia na kolor cebulowy).

Zawartość kwaśnego węglanu potasowego w procentach (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,10011 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 10,011}{m}$$

w którym:

V - ilość cm^3 ściśle 1 N roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania, cm^3 ,
m - odważka badanego kwaśnego węglanu potasowego g,

0,10011 - ilość kwaśnego węglanu potasowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1 N roztworu kwasu solnego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 30,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 300 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

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

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{30}$$

w którym a - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.3.3.1. Odczynniki, roztwory i aparatura - wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1 i 2.4.2.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 50 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie roztworu badanego, nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg N,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg N,

dla odczynnika cz. - 0,03 mg N.

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

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego

kwaśnego węglanu potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a., 2,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 15 cm³ wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego. Uzupełnić objętość roztworu do 25 cm³, dodać 0,25 cm³ kwasu solnego oraz 3 cm³ chlorku barowego.

Badany kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 2 godz nie będzie większe od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,1 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg SO₄²⁻.

5.3.5. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Odczynnik do oznaczenia fosforanów przygotowany wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony PO₄³⁻ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 10 cm³ wody. Roztwór zobojętnić kwasem azotowym i przez gotowanie odpędzić CO₂, po oziębieniu uzupełnić roztwór do objętości 20 cm³, dodać 5 cm³ roztworu odczynnika do oznaczenia fosforanów i pozostawić na 10 min.

Badany kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zmętnienie w badanym roztworze nie będzie większe od żółtego zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,03 mg PO₄³⁻,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 mg PO₄³⁻,

dla odczynnika cz. - 0,04 mg OP₄³⁻.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 15 cm³ wody, dodać 4 cm³ roztworu kwasu azotowego i gotować do odpędzenia CO₂. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.4 sposobem A.

Badany kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl⁻.

5.3.7. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2, kwas solny cz.d.a. 1,12.

5.3.7.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.3.

5.3.7.3. Aparatura

a) Fotokolorometr.

b) Filtr purpurowoczerwony o długości fali 540 nm.

c) Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

5.3.7.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody, zobojętnić kwasem solnym (6 cm³) i utrzymywać w stanie wrzenia przez 5 min w celu odpędzenia CO₂. Następnie ochłodzić roztwór i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.

Zawartość żelaza (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{Q \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{Q}{m_1 \cdot 10}$$

w którym:

Q - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m₁ - odważka badanego produktu, (g).

5.3.8. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (Mg²⁺)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. roztwór 10-procentowy.

b) Wersenian dwusodowy cz.d.a. roztwór 0,01 M przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 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 Mg²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg²⁺.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego dla odczynnika ch.cz. i 2,00 g dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozpuścić w 90 cm³ wody, roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego (około 10 cm³), roztwór ogrzać do wrzenia, ostrożnie gotować w ciągu 5 min i oziębnić. Następnie do roztworu dodać, ciągle mieszając 1 cm³ roztworu zawierającego 0,1 mg Mg²⁺, 5 cm³ roztworu buforowego 0,1 N mieszaniny wskaźnika czerni eriochromowej Ti mierzczkować z mikrobiuraty roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia z fioletowego zabarwienia roztworu w niebieskie. Równocześnie należy zmierzczkować roztwór kontrolny, zawierający w tej samej objętości 1 cm³ roztworu zawierającego 0,1 mg Mg²⁺, te same ilości roztworu buforowego i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy magnezu i wapnia (w przeliczeniu na Mg²⁺) (X₄) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,000243 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0243}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,01 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do zmierzczkowania badanego roztworu, cm^3 ,

V_2 - objętość ściśle 0,01 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do zmierzczkowania kontrolnego roztworu, cm^3 ,

0,000243 - ilość magnezu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01 M wersenianu dwusodowego, g,

m - odważka kwaśnego węglanu potasowego, g.

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

5.3.9.1. 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 cz.d.a. 2-procentowy roztwór.

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

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 10 cm^3 wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego i ogrzewać do wrzenia w celu odpędzenia CO_2 . Po ochłodzeniu 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 kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb^{2+} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości sodu (Na^+)

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04953.

5.3.10.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu pomiarowych kolb pojemności 100 cm^3 wprowadzić następujące ilości sodu (roztworu chlorku sodowego zawierającego 0,1 mg $\text{Na}/1 \text{ cm}^3$):

- porównawczy roztwór wzorcowy I (bez wprowadzenia sodu),
- roztwór wzorcowy II, zawierający 0,1 mg Na , co odpowiada 0,01% Na w preparacie,
- roztwór wzorcowy III, zawierający 0,15 mg Na , co odpowiada 0,015% Na w preparacie

- roztwór wzorcowy IV, zawierający 0,2 mg Na , co odpowiada 0,02% Na w preparacie,

- roztwór wzorcowy V, zawierający 0,5 mg Na , co odpowiada 0,05% Na w preparacie,

- roztwór wzorcowy VI, zawierający 1,0 mg Na , co odpowiada 0,1% Na w preparacie,

- roztwór wzorcowy VII, zawierający 2,0 mg Na , co odpowiada 0,2% Na w preparacie,

a następnie rozcieńczyć wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Krzywą roztworu wykonać zgodnie z PN-68/C-04953.

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 100 cm^3 wody i dokładnie wymieszać. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6, posługując się krzywą wzorcową przygotowaną wg 5.3.10.2.

5.3.11. Oznaczanie zawartości krzemianów (SiO_2)

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

- Woda redestylowana.
- Kwas solny cz.d.a. 1,19 i 1,12.
- Kwas siarkowy cz.d.a. 1,84 1 N rozcieńczony w stosunku 1 ÷ 4.
- Molibdenian amonu cz.d.a. 10-procentowy roztwór.
- Chlorek cynawy cz.d.a. 50-procentowy roztwór w kwasie solnym cz.d.a.
- Alkohol izoamylowy cz.d.a. oczyszczony przez kilkakrotne przemycanie w rozdzielaczu kwasem siarkowym 1 N.

g) Dwutlenek krzemu cz.d.a. wyprażony w ciągu 3 godz w temperaturze 900°C i ostudzony w eksykatorze.

h) Roztwór wzorcowy zawierający dwutlenek krzemu przygotowany w następujący sposób: 1,0000 g wyprażonego dwutlenku krzemu odważyć i stopić w tyglu platynowym z 2 g węglanu sodowego cz.d.a. Stop rozpuścić w wodzie redestylowanej przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie pobrać pipetą 10 cm^3 roztworu, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm^3 tak przygotowanego rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg SiO_2 . Roztwór przechowywać w butelce z polietylenem.

i) Fenoloftaleina roztwór 1-procentowy.

5.3.11.2. Aparatura

- Fotokolorymetr.
- Filtr purpurowoczerwony o długości fali 750 nm.
- Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.
- Pehametr.

5.3.11.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. W zlewkach z polietyleny przygotować 6 roztworów roboczych, zawierających 0,00; 0,05; 0,1; 0,15; 0,25; 0,3 mg SiO_2 , uzupełnić objętość roztworów wodą do 10 cm^3 , dodać do każdej zlewki po 1 cm^3 roztworu molibdenianu amonowego, kwasu siarkowego 1 N do uzyskania pH 1,4 $\pm 0,1$ (sprawdzić pehametrem), pozostawić na 5 min.

Następnie każdy z roztworów przenieść ilościowo do rozdzielacza, dodać 10 cm³ kwasu siarkowego (1+4) i dwukrotnie ekstrahować krzem porcjami po 10 cm³ alkoholu izoamylowego. Połączone ekstrakty alkoholowe przemyć 10 cm³ 1 N kwasu siarkowego i po wyklarowaniu i rozdzieleniu się warstw wyciąg alkoholowy przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić alkoholem izoamylowym do objętości około 90 cm³, dodać 0,1 cm³ roztworu chlorku cynawego i 1 cm³ kwasu siarkowego (1,84), uzupełnić objętość roztworu w kolbie alkoholem do kreski i wymieszać.

Zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu po upływie 10 min, stosując kuwety o grubości 1 cm, filtr purpurowoczerwony. Zero fotokolorymetru nastawić na roztwór zerowy, do którego nie dodano roztworu wzorcowego krzemu. Dla każdego stężenia roztworu wzorcowego wykonać trzy pomiary. Ze średnich wartości uzyskanych z pomiarów sporządzić wykres wzorcowy absorbancji, w zależności od stężenia krzemu w mg na cm³.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody i zobojętnić roztwór kwasem solnym 1,12 wobec papierka lakmusowego, następnie dodać 0,1 cm³ wodorotlenku sodowego, przenieść do zlewki polietylenowej pojemności 50 cm³, dodać 1 cm³ molibdenianu amonowego, ustalić pH roztworu do 1,4 ± 0,1 kwasem siarkowym 1 N i pozostawić na 5 min. Roztwór przenieść do rozdzielacza i wykonać oznaczenie zawartości kwasu krzemowego w sposób identyczny, jak przy przygotowywaniu krzywej wzorcowej.

Otrzymane ekstrakty alkoholowe przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 0,1 cm³ chlorku cynawego i 1 cm³ kwasu siarkowego (1,84) wymieszać i uzupełnić objętość alkoholem izoamylowym do kreski i ponownie wymieszać.

Zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu po upływie 10 min, stosując kuwety o grubości 1 cm przy długości fali 750 nm, nastawiając zero kolorymetru na równocześnie przygotowany roztwór ślepy i odczytać stężenie SiO₂ w badanej próbce w mg/cm³. Procentową zawartość SiO₂ (X) w badanym kwaśnym węglanie potasowym obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{Q \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{10 \cdot Q}{m}$$

w którym:

Q - stężenie SiO₂ odczytane z wzorcowej, mg/cm³,
m - odważka badanego kwaśnego węglanu potasowego, g.

W wypadku wizualnego oznaczania do roztworu wzorcowego dodać:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,1 mg SiO₂,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,12 mg SiO₂,
- dla odczynnika cz. - 0,2 mg SiO₂.

5.3.12. Oznaczanie zawartości glinu (Al³⁺)

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny 1,12.
- b) Aluminon cz.d.a. roztwór 0,1-procentowy.
- c) Amoniak cz.d.a. roztwór 5-procentowy.
- d) Tioglikolan amonowy cz.d.a. roztwór 5-procentowy.
- e) Kwas octowy cz.d.a. roztwór 30-procentowy.
- f) Octan sodowy cz.d.a.
- g) Roztwór wzorcowy zawierający jony Al³⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10:1000. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Al³⁺.

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 10 cm³ wody, zobojętnić roztwór (4 cm³) kwasu solnego, dodać 3 cm³ roztworu amoniaku i 2,5 cm³ roztworu kwasu octowego. Następnie do roztworu dodać 0,5 cm³ roztworu tioglikolanu amonowego 1,00 g octanu sodowego i wymieszać.

Po wymieszaniu do roztworu dodać 0,5 cm³ roztworu aluminonu.

Badany kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w ciągu 5 min czerwone zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego w następujący sposób: 2,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 6 cm³ roztworu amoniaku i pozostawić w spokoju w temperaturze 40°C na 10 min, po czym roztwór przesączyć przez twardy sączek. Do 13 cm³ (1,00 g) przesączu nie zawierającego glinu dodać:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,008 mg Al³⁺,
 - dla odczynnika cz.d.a. - 0,008 mg Al³⁺,
 - dla odczynnika cz. - 0,02 mg Al³⁺
- oraz 2,5 cm³ roztworu kwasu octowego, 1,00 g octanu sodowego, 0,5 cm³ roztworu tioglikolanu amonowego i 0,5 cm³ roztworu aluminonu.

5.3.13. Oznaczanie zawartości arsenu (As³⁺)

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory

- a) Roztwór wzorcowy zawierający jony As³⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500. 1 dm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg As³⁺.
- b) Roztwór wzorcowy zawierający jony As³⁺ roboczy. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć 25 cm³ roztworu wzorcowego podstawowego wg poz. a) dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,0025 mg As.
- c) Chlorek cynawy SnCl₂ · 2H₂O 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 (C₂H₅)₂ NCSSAg cz.d.a. (Ag DDTK), roztwór 0,5-procentowy. Rozpuścić w 1,00 g AgDDTK w 200 cm³ pirydyny cz.d.a. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

Roztwór jest trwały około 2 tygodnie.

g) Kwas siarkowy cz.d.a. roztwór około 15 N (90 cm³ wody + 100 cm³ kwasu siarkowego).

h) 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 cm³ odmierzyć kolejno: 0,1; 2; 4; 6; 8 cm³ roztworu wzorcowego roboczego wg p. 5.3.13.1. b) co odpowiada 0,000; 0,0025; 0,005; 0,01; 0,015; 0,02 mg As.

Następnie dodać 10 cm³ stężonego kwasu solnego lub 10 cm³ H₂SO₄ (15 N) i uzupełnić kolejno wodą destylowaną do objętości 40 cm³. Dodać 2 cm³ roztworu jodku potasowego, 2 cm³ roztworu chlorku cynawego i odstawić na 15 min.

W nasadce zestawu umieścić watę nasyconą octanem ołowianym, a w absorberze zestawu 5 cm³ roztworu Ag DDTK. 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 Ag DDTK 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 Ag DDTK. Krzywą wzorcową należy wykreślić raz na trzy miesiące lub przy każdorazowej zmianie odczynników.

5.3.13.3. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 25 cm³ wody, dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,19) i uzupełnić wodą do objętości 40 cm³, dodać 2 cm³ jodku potasowego, 2 cm³ chlorku cynawego i dalej postępować, jak przy sporządzeniu krzywej wzorcowej.

Zawartość arsenu w mg w próbce analitycznej odczytać z krzywej wzorcowej. Oddzielnie należy wykonać ślepią próbę z wszystkimi odczynnikami używanymi w przygotowaniu próbki analitycznej do oznaczenia arsenu.

Zawartość arsenu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{Q \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{Q}{m \cdot 10}$$

w którym:

Q - zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg

m - odważka badanego produktu, g.

5.3.14. Oznaczanie zawartości węglanu potasowego (K₂CO₃)

5.3.14.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień fenolowa wskaźnik 0,04-procentowy roztwór wodny z dodatkiem 1,13 cm³ 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego.

b) Błękit tymolowy wskaźnik 0,04-procentowy roztwór wodny z dodatkiem 0,86 cm³ 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego.

5.3.14.2. Wykonanie oznaczania. 6,00 g badanego kwaśnego węglanu potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody w temperaturze około 10 ÷ 15°C. Do dwóch próbek odpipetować po 20 cm³ sporządzanego roztworu. Do jednej próbki dodać cztery krople roztworu czerwieni fenolowej do drugiej 4 krople roztworu błękitu tymolowego i obserwować powstałe zabarwienie.

Badany kwaśny węglan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w roztworze badanym z czerwienią fenolową wystąpi czerwone zabarwienie, a w roztworze z błękitem tymolowym nie wystąpi błękitne zabarwienie lecz co najmniej zielonkawożółte.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Institucja opracowująca normę PPH Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-60/MPCh/N-918

- a) znowelizowane metody badań zawartości: żelaza, wapnia i magnezu metali ciężkich, krzemianów i arsenu,
- b) wprowadzono oznaczania zawartości sodu i azotu ogólnego,
- c) wprowadzono gatunek chemicznie czysty - ch.cz.

3. Dotychczasowe normy. Dotychczas obowiązująca ZN-60/MPCh/N-913 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1977 r.

4. Normy związane

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-68/C-04521 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-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

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

5. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego RWPG.