

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6193-42
	Kwas cytrynowy	Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

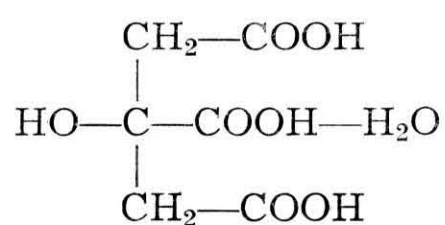
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas cytrynowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas cytrynowy ma:

a) wzór chemiczny: $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$

b) wzór strukturalny:



c) masę cząsteczkową: 210,14 (1961).

1.2. Normy związane

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

PN-68/C-045515 — Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

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-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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

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

¹⁾ Symbol wg SWW: ch.cz. — 1331-438; cz.d.a. — 1331-111; cz. — 1331-428.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu cytrynowego:

ch.cz. — chemicznie czysty,

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu cytrynowego chemicznie czystego:

KWAS CYTRYNOWY ch.cz. BN-73/6193-42

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas cytrynowy powinien mieć postać drobnych bezbarwnych kryształów lub białego proszku. Łatwo rozpuszczalny w wodzie i alkoholu.

Dla gatunku cz. dopuszcza się zapach przyswędkowy.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu cytrynowego ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), %, nie mniej niż	99,8	99,8	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,01	0,03	0,07
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	nie normalizuje się
e) Siarki ogólnej (jako SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,004	0,01	0,02
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,005

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 15 maja 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1974 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 31/1973, poz. 98)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
g) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,02
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,00025	0,0005	0,001
i) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,001
j) Substancji zwęglających się kwasem siarkowym (kwas winowy i inne)	wg p. 5.2.10	wg p. 5.2.10	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

Kwas cytrynowy 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 albo folią z innego tworzywa sztucznego; worki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500, 1000, 2500, 5000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że opakowania te zabezpieczają produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i jeżeli wymiary opakowań są zgodne z zasadami stosowanego do nich systemu wymiarowego.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próby powinna wynosić co najmniej 300 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu cytrynowego $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana świeżo przygotowana — wg PN-68/C-06500.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.

c) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,0000 g badanego kwasu cytrynowego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 2 krople fenoloftaleiny, wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do słabo różowego zabarwienia roztworu.

Zawartość (X_1) kwasu cytrynowego $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,07005 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwasu cytrynowego, g,

0,07005 — ilość kwasu cytrynowego odpowiadająca 1 cm³, ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego kwasu cytrynowego umieścić w zlewce pojemności 300 cm³ i rozpuścić ogrzewając w 200 cm³ wody. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez godzinę na wrzącej łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia nr 4.

Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm³ gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany) 10,00 g badanego kwasu cytrynowego umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu platynowym lub porcelanowym i zwilżyć 1 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84). Zawartość tygla ogrzewać na łaźni piaskowej do zaprzestania wydzielania się dymów kwasu siarkowego. Pozostałość wyprażyć na palniku gazowym do stałej masy.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz. — 1 mg,

dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwasu cytrynowego rozpuścić w 15 cm³ wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 Sposób A.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,
i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarki ogólnej (jako SO_4^{2-})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p. 2.3 oraz:

a) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

b) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu cytrynowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 1,00 g dla odczynnika cz. odparować w tyglu platynowym z 2,5 cm³ roztworu węglanu sodowego do sucha na elektrycznej płytce, a następnie ostrożnie wyprażyć w zakrytym tyglu w temperaturze 600°C.

Wyprażoną pozostałość rozpuścić po ostudzeniu w 15 cm³ gorącej wody, dodać 0,1 cm³ roztworu nadtlenu wodoru i gotować w ciągu 5 min.

Roztwór oziębć, rozcieńczyć wodą do 10 cm³, przesączyć w razie potrzeby i zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego.

Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.1.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 1 godz zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,08 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,2 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} ,
i te same ilości odczynników.

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04503 p. 2.3. oraz azotan magnezowy cz.d.a.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu cytrynowego umieścić w platynowej parownicy, dodać 0,3 g azotanu magnezowego rozpuszczonego w 2 cm³ wody, wysuszyć, spalić i wyprażyć do otrzymania białej pozostałości. Pozostałość rozpuścić w 5 cm³ roztworu kwasu azotowego, uzupełnić wodą do 10 cm³, zobojętnić roztworem amoniaku, uzupełnić wodą do 15 cm³, przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 50 cm³,

dodać 10 cm³ odczynnika do oznaczania fosforanów i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg PO_4^{3-} ,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg PO_4^{3-} ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg PO_4^{3-}
i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

b) Glikol — bis-2-hydroksyanil cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy, przygotowany w następujący sposób:

0,25 g gliksal — bis-2-hydroksyanilu rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³ w metanolu. Objętość roztworu dopełnić metanolem do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór przechowywać w chłodnym miejscu; trwały w ciągu trzech dni.

c) Alkohol *n*-butylowy cz.d.a.

d) Metanol cz.d.a.

e) Mieszanina alkoholi przygotowana przez zmieszanie równych objętości alkoholu etylowego i *n*-butylowego.

f) Roztwór buforowy o pH 12,6 przygotowany w następujący sposób:

10 g wodorotlenku sodowego i 10 g czteroboranu sodowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ w wodzie. Następnie objętość roztworu uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

g) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego kwasu cytrynowego umieścić w platynowej parownicy, zwilżyć 5 cm³ wody, odparować na łaźni wodnej i ostrożnie spalić, następnie wyprażyć. Pozostałość rozpuścić w 2,5 cm³ roztworu kwasu solnego i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 10 cm³ ciepłej wody, następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

10 cm³ otrzymanego roztworu (=1 g preparatu) dla odczynnika ch.cz., 4 cm³ roztworu (=0,4 g preparatu) i 6 cm³ wody dla odczynnika cz.d.a. 1 cm³ roztworu (=0,1 g preparatu) i 9 cm³ wody dla preparatu cz. umieścić w kolorymetrycznym cylindrze z doszlifowanym korkiem pojemności 25 cm³,

dodać 1 cm³ roztworu buforowego, 0,5 cm³ roztworu gliksal-bis-2-hydroksyanilu, 10 cm³ mieszaniny alkoholu, wymieszać, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i powtórnie wymieszać.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg Ca²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Ca²⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Ca²⁺

i te same ilości odczynników.

5.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu cytrynowego umieścić w cylindrze z dotartym korkiem pojemności 50 cm³ i rozpuścić w 20 cm³ wody.

Do roztworu dodać 3 cm³ roztworu kwasu solnego, 1 cm³ roztworu nadsiarczanu amonowego, wymieszać, dodać 4 cm³ roztworu rodanku amonowego, 10 cm³ alkoholu izoamyłowego, natychmiast dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i wytrząsać w ciągu 1 min.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 5 min zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Fe³⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe³⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe³⁺

i te same ilości odczynników.

5.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.3.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego kwasu cytrynowego rozpuścić ogrzewając w 50 cm³ wody w kolbie pojemności 100 cm³. Roztwór przesączyć i do przesączu dodać amoniaku do reakcji słabo alkalicznej wobec papierka lakmusowego.

Nadmiar amoniaku zubożyć kilkoma kroplami kwasu octowego, dodać jeszcze 1 cm³ kwasu octowego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb²⁺

i te same ilości odczynników.

W razie potrzeby do wyniku oznaczania należy wprowadzić poprawkę dotyczącą zawartości metali ciężkich w stosowanych do zubożenia ilościach amoniaku i wykonać próbę kontrolną.

5.2.10. Próba na obecność substancji zwęglających się kwasem siarkowym (kwas winowy i inne)

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- c) Chlorek żelazowy cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 4,505 g chlorku żelazowego (FeCl₃·6H₂O) rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w roztworze kwasu solnego, objętość roztworu dopełnić roztworem kwasu solnego do kreski i wymieszać. Przed przygotowaniem roztworu należy oznaczyć zawartość procentową chlorku żelazowego i w razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę do odważki preparatu.
- d) Chlorek kobaltawy cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 5,950 g chlorku kobaltowego (CoCl₂·6H₂O) rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w roztworze kwasu solnego, objętość roztworu dopełnić roztworem kwasu solnego do kreski i wymieszać. Przed przygotowaniem roztworu należy oznaczyć zawartość procentową chlorku kobaltowego i w razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę do odważki preparatu.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwasu cytrynowego odczynnika ch.cz. lub 0,5 g odczynnika cz.d.a. umieścić w probówce z bezbarwnego szkła (średnicy 20 mm, wysokości 140 mm), dodać 10 cm³ kwasu siarkowego, dokładnie wymieszać i od razu nagrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 85°C bez dostępu światła, w ciągu 30 min.

Badany kwas cytrynowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1,0 cm³ roztworu chlorku kobaltowego, 5,4 cm³ roztworu chlorku żelazowego i 3,5 cm³ wody.

K O N I E C

1. Istotne zmiany do PN-55/C-80065

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) znormowano zawartość chlorków w gat. ch.cz. i cz.d.a.,
- c) dla gatunku cz. dopuszczono kremowe zabarwienie kryształów i zapach przyswędkowy,
- d) dla gatunku cz. wykreślono oznaczanie substancji zwęglających się kwasem siarkowym (kwas winowy i cukier),
- e) zmieniono metody oznaczania zawartości siarczanów,

fosforanów, wapnia i substancji zwęglających się kwasem siarkowym dla gatunku ch.cz. i cz.d.a.,

f) dostosowano wymagania i metody badań dla gatunku ch.cz. i cz.d.a. do Zalecenia Normalizacyjnego PC 2675-70.

Dotychczas obowiązująca PN-55/C-80065 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1974 r.

2. Zalecenie międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem dla gatunku ch.cz. i cz.d.a. Zalecenia Normalizacyjnego PC 2775-70. Реактивы. Лимонная кислота