

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6191-88
	Węglan sodowy bezwodny	Grupa katalogowa X51

22817

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węglan sodowy - biały proszek, łatwo rozpuszczalny w wodzie, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan sodowy bezwodny ma:

a) wzór chemiczny  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

b) masę cząsteczkową 105,99 (1961 r.)

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-68/C-04511 Odczynniki. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strączanych siarkowodorem
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-68/C-04522 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości kwasu krzemowego w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- 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 kolorimetrii i nefelometrii
- PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

ch.cz. - chemicznie czysty,

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu sodowego bezwodnego chemicznie czystego:

WĘGLAN SODOWY BEZWODNY ch.cz. BN-69/6191-88

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Węglanu sodowego bezwodnego ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), %, nie mniej niż	99,8	99,8	99,5
b) Strat po prażeniu, %, nie więcej niż	0,5	1,0	1,5
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
d) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,006
e) Siarki całkowitej ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,0025	0,003	0,01
f) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
g) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
h) Krzemianów (w przeliczeniu na $\text{SiO}_2$ ), %, nie więcej niż	0,0025	0,003	0,01
i) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
j) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0003	0,0003	0,001
k) Glinu ( $\text{Al}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,003	nie normalizuje się
l) Wapnia i magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,04
m) Potasu ( $\text{K}^+$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,02	0,04
n) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00002	0,00005	0,00005

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 5 grudnia 1969 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1970 r.  
(Mon. Pol. nr 3/1970 poz. 31)



#### 4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Węglan sodowy bezwodny należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego z doszlifowanymi korkami, słoiki z nakrętkami z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub tekturową i pergaminową albo torebki polietylenowe.

Masa opakowań netto: 250, 500, 1000 g i powyżej 3 kg.

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

#### 5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-69/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 600 g.

##### 5.2. Rodzaje i opis badań

##### 5.2.1. Oznaczanie zawartości węglanu sodowego $\text{Na}_2\text{CO}_3$ i strat po prażeniu

###### 5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n lub kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

b) Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy przygotowany wg PN-68/C-06501.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,0000 g badanego węglanu sodowego odważyć w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu platynowym. Tygiel umieścić w łaźni piaskowej tak, aby poziom piasku z zewnątrz był nie niższy od poziomu preparatu w tyglu, ogrzewać stopniowo do temperatury  $270 \pm 300^\circ\text{C}$  i prażyć w tej temperaturze do stałej masy (temperaturę należy sprawdzić termometrem umieszczonym w piasku koło tygla).

Pozostałość otrzymaną po prażeniu ( $a$ ) rozpuścić w 50 ml wody, dodać 0,1 ml roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego lub siarkowego do przejścia żółtego zabarwienia roztworu w oranżowe. Następnie ogrzać roztwór do wrzenia i gotować w ciągu 2-3 min w celu odpędzenia dwutlenku węgla. Po ochłodzeniu, w przypadku ponownego wystąpienia żółtego zabarwienia roztwór domiareczkować roztworem kwasu solnego lub siarkowego do przejścia zabarwienia żółtego w oranżowe. Zawartość węglanu sodowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,053 \cdot 100}{m} = \frac{V_1 \cdot 5,3}{m}$$

w którym:

$V_1$  - objętość ściśle 1n roztworu kwasu solnego lub siarkowego zużytego do miareczkowania, ml,

$m$  - masa wyprażonej pozostałości, g,

0,053 - ilość węglanu sodowego odpowiadająca 1ml ściśle 1n roztworu kwasu solnego, g.

Straty po prażeniu ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - a) \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

$m_1$  - odważka badanego węglanu sodowego, g,

$a$  - masa wyprażonej pozostałości, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego węglanu sodowego rozpuścić w 250 ml wody. Roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 100 ml gorącej wody i wysuszyć w temperaturze  $105 \pm 110^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz. - 1,3 mg,

dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,

dla odczynnika cz. - 5 mg.

##### 5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

###### 5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwory: 25- i 1-procentowy.

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

c) Wzorcowy roztwór chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ .

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 35 ml wody, dodać ostrożnie, ciągle mieszając, 5 ml 25-procentowego roztworu kwasu azotowego. Roztwór w razie potrzeby przesączyć przez bezpopiołowy sączek przemity uprzednio 1-procentowym gorącym roztworem kwasu azotowego, dodać 1 ml roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 20 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ ,

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

dla odczynnika cz. - 0,06 mg  $\text{Cl}^-$

oraz te same ilości odczynników.

##### 5.2.4. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

###### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Brom cz.d.a. nasycony roztwór wodny.

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

c) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany i przesączonej przez twardy, bezpopiołowy sączek.



d) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy, przygotowany w następujący sposób: 20 g chlorku barowego rozpuścić w 80 ml wody. W razie potrzeby roztwór chlorku barowego przesączyć po 24 godz przez przemyty, twardy, bezpopiołowy sącdek.

e) Wzorcowy roztwór siarczanów, przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 10 ml wody, dodać 0,1 ml roztworu bromu, ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 2 min, oziębnić, zobjętnić ostrożnie, ciągle mieszając, roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego.

Następnie do roztworu dodać jeszcze 1 ml roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować do wydzielenia się bromu, oziębnić, dopełnić objętość roztworu wodą do 25 ml i w razie potrzeby przesączyć przez bezpopiołowy sącdek przemyty uprzednio gorącą wodą.

Następnie do roztworu dodać 3 ml roztworu skrobi, dodać 3 ml roztworu chlorku barowego, mieszając dokładnie roztwór po dodaniu każdego odczynnika.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 30 min opalizacja badanego roztworu nie jest intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,0125 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,015 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  
dla odczynnika cz. - 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

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

b) p-Nitrofenol cz.d.a. roztwór 0,2-procentowy.

Pozostałe odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego zwilżyć 6 ml wody, dodać 2 krople roztworu p-nitrofenolu i ostrożnie kroplami roztworu kwasu azotowego do rozpuszczenia się preparatu i odbarwienia roztworu. Objętość roztworu dopełnić wodą do 15 ml i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany węglan sodowy 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:

dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  
dla odczynnika cz. - 0,05 mg  $\text{PO}_4^{3-}$

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego umieścić w kolbie aparatu do destylacji, rozpuścić w 50 ml wody i wykonać oznaczenie azotu metodą destylacyjną wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 5 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

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

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości krzemianów (w przeliczeniu na  $\text{SiO}_2$ )

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

b) p-Nitrofenol cz.d.a., roztwór 0,2-procentowy.

Pozostałe odczynniki wg PN-68/C-04522 p. 2.4.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego węglanu sodowego bezwodnego odważonego w parownicy platynowej rozpuścić w 10 ml wody, dodać 1÷2 kropli roztworu p-nitrofenolu, zobjętnić roztworem kwasu siarkowego dodając kwas kroplami do odbarwienia roztworu, przy równoczesnym mieszaniu platynową szpachelką.

Następnie do roztworu dodać 0,25 ml nadmiaru tego kwasu.

Roztwór przenieść do kolby stożkowej pojemności 50 ml (z kreską do 20 ml) ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 5 min, oziębnić, doprowadzić objętość roztworu do kreski (do 20 ml) i dalej oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04522 p. 2.5.1.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,0125 mg  $\text{SiO}_2$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,015 mg  $\text{SiO}_2$ ,  
dla odczynnika cz. 0,050 mg  $\text{SiO}_2$

i te same ilości odczynników.

5.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 25 ml wody. Otrzymany roztwór zobjętnić 25-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego, a następ-



nie dodać kilka kropli amoniaku do uzyskania słabo alkalicznego odczynu i następnie wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

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  $^{2+}$

i te same ilości odczynników.

### 5.2.9. Oznaczanie zawartości żelaza ( $Fe^{3+}$ )

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

5.2.9.2. Wykonanie oznaczenia, 3,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 20 ml wody i roztwór zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu azotowego wobec papierka lakmusowego, następnie dodać jeszcze 1 ml tego kwasu i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz - 0,009 mg  $Fe^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,009 mg  $Fe^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz. - 0,03 mg  $Fe^{3+}$

i te same ilości odczynników.

### 5.2.10. Oznaczanie zawartości glinu ( $Al^{3+}$ )

#### 5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Aluminon cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy przygotowany nie mniej niż na 1 godz przed wykonaniem oznaczenia. Roztwór jest trwały w ciągu 5 dni.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Węglan amonowy, roztwór przygotowany w następujący sposób: 20 g węglanu amonowego rozpuścić, słabo ogrzewając, w 20 ml roztworu amoniaku i 40 ml wody, dopełnić objętość roztworu wodą do 100 ml i wymieszać.

d) Octan amonowy, roztwór 5-procentowy zbadany na nieobecność glinu w następujący sposób: do roztworu zawierającego 5,75 ml wody, 10 ml roztworu octanu amonowego i 0,75 ml kwasu octowego dodać 1 ml roztworu aluminonu i po 5 min 10 ml roztworu octanu amonowego. W ciągu 10 min roztwór powinien być bezbarwny.

e) Kwas octowy lodowaty.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Al^{3+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Al^{3+}$ .

5.2.10.2. Wykonanie oznaczenia, 1,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 15 ml wody, dodać ostrożnie, mieszając, 1,5 ml kwasu octowego, 1 ml roztworu aluminonu i wymieszać. Po 5 min dodać 10 ml roztworu węglanu amonowego i powtórnie wymieszać.

Badany węglan sodowy 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 w następujący sposób. Do 5,75 ml wody zawierającej:

dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg  $Al^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 mg  $Al^{3+}$ ,

dodać 10 ml roztworu octanu amonowego, 0,75 ml kwasu octowego i 1 ml roztworu aluminona.

Po 5 min dodać 10 ml roztworu węglanu amonowego i wymieszać.

### 5.2.11. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu ( $Mg^{2+}$ )

#### 5.2.11.1. 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.
- Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 10 przygotowany wg PN-68/C-04950.
- Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika, przygotowana wg PN-68/C-04950.
- Papierki lakmusowe.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Mg^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Mg^{2+}$ .

5.2.11.2. Wykonanie oznaczenia, 2,50 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 90 ml wody, roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego (około 16 ml), roztwór ogrzać do wrzenia, ostrożnie gotować w ciągu 5 min i oziębnić. Następnie do roztworu dodać, ciągle mieszając, 1 ml roztworu zawierającego 0,1 mg  $Mg^{2+}$ , 5 ml 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 zmiareczkować roztwór kontrolny, zawierający w tej samej objętości 1 ml roztworu zawierającego 0,1 mg  $Mg^{2+}$ , te same ilości roztworu buforowego i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy magnezu i wapnia (w przeliczeniu na  $Mg^{2+}$ ) ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0,000243 \cdot 100}{2,5} = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0,0243}{2,5}$$

w którym:

$V_2$  - objętość ściśle 0,01m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do zmiareczkowania badanego roztworu, ml,

$V_3$  - objętość ściśle 0,01m roztworu wer-



senianu dwusodowego zużytego do zmierzczkowania kontrolnego roztworu, ml, 0,000243 - ilość magnezu odpowiadająca 1 ml ścisłej 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego, 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 16 ml roztworu kwasu solnego.

#### 5.2.12. Oznaczanie zawartości potasu

##### 5.2.12.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana, powtórnie przedestylowana w metalowym lub kwarcowym aparacie.

b) Kwas solny cz.d.a. stężony, roztwór 1+3.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $K^+$  (1mg/ml), przygotowany wg PN-68/C-04953 i rozcieńczony w stosunku 20:980. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,02 mg  $K^+$ .

d) Kwaśny węgiel sodowy cz.d.a. nie zawierający potasu w warunkach danego badania, roztwór 10-procentowy. Stopień czystości odczynnika należy sprawdzić na spektrofotometrze.

Pozostałe odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04953 p. 2.4.

5.2.12.2. Wykonanie oznaczania. Przygotować serię roztworów wzorcowych potasu w zakresie stężeń 0,004 ÷ 0,040% K w następujący sposób: do siedmiu kolb pomiarowych, każda pojemności 100 ml, wprowadzić po 20 ml wody, roztwór kwaśnego węgla sodowego w ilości równoważnej zawartości sodu w badanym roztworze i niżej podane ilości potasu (w postaci roztworu chlorku potasowego, zawierającego 0,02 mg K w 1 ml).

Nr roztworu wzorcowego	Zawartość potasu w roztworze wzorcowym mg	Zawartość potasu w badanej próbce %
1	0	0
2	0,04	0,004
3	0,08	0,008
4	0,12	0,012
5	0,16	0,016
6	0,20	0,020
7	0,40	0,040

Objętość każdego roztworu dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Wzorcowe roztwory 1+4 przygotować bezpośrednio przed stosowaniem z bardziej stężonych roztworów.

Równocześnie przygotować badaną próbkę w następujący sposób. 1,00 g badanego węgla sodowego bezwodnego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml w 30 ml wody. Do roztworu dodać ostrożnie, równocześnie mieszając, 7,5 ml roztworu kwasu solnego, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

#### 5.2.13. Oznaczanie zawartości arsenu

5.2.13.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511 p. 2.4 oraz p-nitrofenol - wskaźnik, roztwór 0,2-procentowy.

5.2.13.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węgla sodowego bezwodnego rozpuścić w kolbie aparatu do oznaczania arsenu w 15 ml wody. Roztwór ostrożnie zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec p-nitrofenolu, dopełnić objętość roztworu wodą do 30 ml i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511 p. 26.

Badany węgiel sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie bardziej intensywne niż zabarwienie papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,0004 mg As,  
dla odczynnika cz.d.a. - 0,001 mg As,  
dla odczynnika cz. - 0,001 mg As  
i te same ilości odczynników.

W razie potrzeby do wyniku oznaczania należy wprowadzić poprawkę na zawartość arsenu w zużytej do zobojętnienia ilości roztworu kwasu solnego.

### K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6191-88

##### 1. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-80008

a) wprowadzono gatunek "chemicznie czysty",  
b) podano wymagania dla produktu ch.cz. oraz zastrzeżono wymagania dla produktu cz.d.a. i cz., dostosowując je do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1132-67,

c) dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego RC 1132-67.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1132-67 Реактиви. Натрий углекислый безводный.

##### 3. Symbole wg SWW dla odczynnika:

ch.cz. 1331-435

cz.d.a. 1331-11

cz. 1331-425

4. Inne metody. Dla produktu eksportowanego do krajów RWPG arbitrażowymi metodami oznaczania zawartości żelaza i metali ciężkich są następujące metody:

- oznaczanie zawartości żelaza p. 5.2.9 normy - metoda z zastosowaniem 2,2'-dwpirydyli wg PN-68/C-04521 p. 2.4,

- oznaczanie zawartości metali ciężkich p. 5.2.8 normy - metoda z zastosowaniem tioacetamidu wg PC 1132-67.

BIBLIOTEKA GŁÓWNA  
Politechniki Warszawskiej

**BN. 001909**



400000000338807