

| | | |
|---------------------------------|---------------------------|-----------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA | BN-64 |
| | Odczynniki Kwas borowy | 6191-11 |
| | | Grupa katalogowa X 51 |

1. WSTĘP

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

Kwas borowy ma:

- a) wzór chemiczny - H_3BO_3 ,
- b) ciężar cząsteczkowy - 61,84,
- c) inne nazwy - kwas borny.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kwasu borowego, oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia kwasu borowego gatunku cz.d.a.:

KWAS BOROWY cz.d.a. BN-64/6191-11

1.4. Normy związane

- PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Kwas borowy powinien mieć postać bezbarwnych błyszczących kryształów lub krystalicznego proszku barwy białej, rozpuszczalnych w wodzie.



Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 26 lutego 1964 r.

jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 7 lipca 1964 r.

(Mon. Pol. nr 43/1964 poz. 207)

2.2. Wymagania szczegółowe

| Wymagania | Gatunki | |
|---|----------|--------|
| | cz.d.a. | cz. |
| a) Zawartość kwasu borowego (H_3BO_3), %, co najmniej | 99,0 | 98,5 |
| b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej | 0,01 | 0,02 |
| c) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w alkoholu, %, najwyżej | wg 4.2.3 | |
| d) Zawartość substancji nielotnych z alkoholem metylowym, %, najwyżej | 0,05 | 0,2 |
| e) Zawartość chlorków (Cl^-) | 0,001 | 0,002 |
| f) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| g) Zawartość fosforanów (PO_4^{3-}), %, najwyżej | 0,001 | 0,003 |
| h) Zawartość wapnia (Ca^{2+}), %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| i) Zawartość metali ciężkich strącalnych siarkowodorem (jako Pb^{2+}), %, najwyżej | 0,001 | 0,002 |
| j) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej | 0,0005 | 0,002 |
| k) Zawartość arsenu (As), %, najwyżej | 0,0002 | 0,0005 |

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Kwas borowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego. Masa netto: 100, 250 i 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Średnią próbkę laboratoryjną przygotować o masie co najmniej 300 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań4.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu borowego (H_3BO_3)4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Gliceryna cz.d.a.
- b) Chlorek kobaltawy uwodniony cz.d.a.
- c) Fiolet krystaliczny, roztwór 0,01-procentowy.
- d) Czerwień metylowa, 0,1-procentowy roztwór w 60-procentowym alkoholu etylowym.
- e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. lub potasowy cz.d.a., roztwory 1n.
- f) Alkohol etylowy rektyfikowany.
- g) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- h) Roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 0,26 g chlorku kobaltawego, odważonego z dokładnością do 0,0001 g, rozpuścić w 300 ml wody, dodać 0,25 ml roztworu fioletu krystalicznego i wymieszać. Roztwór przechowywać w kolbie zamkniętej korkiem, w ciemnym miejscu. Roztwór nadaje się do użytku w ciągu 1 miesiąca.

4.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 200 ml dobrze przegotowanej wody w kolbie stożkowej pojemności 500 ml, zamkniętej korkiem. Do roztworu dodać 0,01 ml roztworu czerwieni metylowej, 0,15 ml roztworu fenoloftaleiny oraz 75 ml zubożonej gliceryny i

miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego do uzyskania zabarwienia roztworu wzorcowego znajdującego się w takiej samej kolbie.

Miareczkowanie roztworu gliceryny roztworem wodorotlenku sodowego wykonuje się z mikrobiurety.

Zawartość kwasu borowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,06184 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego zużytego do miareczkowania, ml,

0,06184 - ilość kwasu borowego odpowiadająca 1 ml ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego, g,

m - odważka badanego kwasu borowego, g.

4.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 400 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza:

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

dla odczynnika cz. - 4 mg.

4.2.3. Próba na zawartość substancji nierozpuszczalnych w alkoholu. 2 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml 95-procentowego alkoholu etylowego ogrzewając pod chłodnicą zwrotną do zupełnego rozpuszczenia kwasu.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli dla odczynnika cz.d.a. gorący roztwór kwasu borowego w alkoholu jest zupełnie klarowny, a dla odczynnika cz. wystąpi nieznaczne zmętnienie.

4.2.4. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych z alkoholem metylowym

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

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

c) Alkohol metylowy cz.d.a.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego kwasu borowego, rozartego uprzednio w moździerzku agatowym i odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w uprzednio wyprażonej i zważonej do stałej masy misce platynowej pojemności 50 ml, dodać 25 ml alkoholu metylowego, 5 kropli roztworu kwasu solnego i odparować pod wyciągiem na elektrycznej łaźni wodnej do sucha. Do suchej pozostałości dodać 15 ml alkoholu metylowego, 3 krople roztworu kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Następnie dodać do suchej pozostałości 2 - 3 krople kwasu siarkowego i odparować na łaźni piaskowej do odpędzenia par kwasu siarkowego. Pozostałość wyprażyć w temperaturze ciemnoczerwonego żaru do stałej masy.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. - 1 mg,

dla odczynnika cz. - 4 mg.

W razie potrzeby do wyniku oznaczania wprowadza się poprawkę na zawartość części nielotnych z alkoholem metylowym w odczynnikach użytych do oznaczania.

4.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻). 5 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody lekko ogrzewając (nie doprowadza-

jąc do wrzenia) w kolbie przykrytej lejkiem. Po ostudzeniu roztwór przesączyć przez sączek, uprzednio dokładnie przemyty roztworem kwasu azotowego (1 + 9), a następnie gorącą wodą, odrzucając pierwsze $1 \div 4$ ml przesącza. Następnie pobrać pipetą 5 ml przesącza (1,25 g) umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 ml, dodać 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04518.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,0125 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,025 mg Cl^- .

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

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Alkohol etylowy rektyfikowany.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przyrządzony wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w 50 ml wody. Roztwór oziębic i przesączyć przez sączek przemyty gorącą wodą. Pobrać pipetą 5 ml przesącza, dodać 2,5 ml kwasu solnego, 10 ml wody, 10 ml alkoholu etylowego, a następnie 3 ml roztworu chlorku barowego.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po 30 min nie będzie intensywniejsze od zmętnienia powstałego w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,1 mg SO_4^{2-} .

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

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 5n.
- Molibdenian amonowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór wodny świeżo przyrządzony.
- Metawanadan amonowy cz.d.a., roztwór przyrządzony w następujący sposób: 2,4 g metawanadanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w około 100 ÷ 200 ml wody. dodać 20 ml kwasu azotowego, ostudzić, przelać do kolby pojemności 1 l i uzupełnić wodą do kreski.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony PO_4^{3-} przyrządzony wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg PO_4^{3-} .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w 20 ml wody. Do roztworu dodać 6,5 ml roztworu kwasu azotowego, 2,5 ml roztworu metawanadanu amonowego, oraz 2,5 ml roztworu molibdenianu amonowego. Roztwór wymieszać i przelać do płaskodennej próbówki z bezbarwnego szkła.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po 10 min, obserwowane wzdłuż osi próbówki na tle mlecznego szkła, nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości w takiej samej próbówce te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz. - 0,03 mg PO_4^{3-} .

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

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a. (1,055).
- b) Szczawian amonowy cz.d.a., roztwór 4-procentowy.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przyrządzony wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w 25 ml wody, ochłodzić i przesączyć. Do przesączu dodać 1 ml kwasu octowego i 5 ml roztworu szczawianu amonowego.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 25 min nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Ca^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,1 mg Ca^{2+} .

4.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}). 2 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w 50 ml wody. Po ochłodzeniu roztwór przesączyć i wykonać oznaczanie wg PN/C-04515. Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,04 mg Pb^{2+} .

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

4.2.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Roztwór zawierający jony Fe^{3+} , przyrządzony wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego kwasu borowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w 30 ml wody, po oziębieniu dodać 1 ml roztworu kwasu solnego, 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 ml roztworu amoniaku i dokładnie wymieszać.

Badany kwas borowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. - 0,02 mg Fe^{3+} .

4.2.11. Oznaczanie arsenu - wg PN/C-04511.

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
Politechniki Warszawskiej

BN. 001875



400000000323307