

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-84
	Odczynniki	6191-50
	Węglan sodowy krystaliczny	Zamiast BN-73/6191-50
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węglan sodowy krystaliczny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan sodowy krystaliczny ma:

- a) wzór chemiczny $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$,
b) masę molową: 286,14 g/mol.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu sodowego krystalicznego chemicznie czystego:

WĘGLAN SODOWY krystaliczny ch.cz. BN-84/6191-50

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan sodowy krystaliczny powinien mieć postać bezbarwnych kryształów łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Węglanu sodowego w preparacie wyprażonym (Na_2CO_3), % (m/m), nie mniej niż	99,8	99,8	99,8
b) Strat po prażeniu, % (m/m), w przedziałach	62,8 ÷ 63,8	62,3 ÷ 64,2	61,7 ÷ 64,6
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,003	0,01
d) Chlorków (Cl^-), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001	0,003

cd. tabl. 1.

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
e) Siarki całkowitej (w przeliczeniu na SO_4^{2-}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,001	0,006
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), % (m/m), nie więcej niż	0,0003	0,0003	0,002
g) Azotu całkowitego (N), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
h) Kwasu krzemowego (SiO_2), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,001	0,005
i) Metali ciężkich (Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0002	0,0003	0,0005
j) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0002	0,0002	0,001
k) Glinu (Al^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001	0,003
l) Wapnia i magnezu (w przeliczeniu na Mg^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,004	0,006	0,02
m) Potasu (K^+), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,001	0,01
n) Arsenu (As), % (m/m), nie więcej niż	0,00001	0,00002	0,00003

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowania jednostkowe — słoiki ze szkła oranżowego typu „POCh” wg BN-84/6833-23 zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, wyłożoną podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną wg BN-73/6419-02.

Nakrętki dodatkowe zabezpieczone taśmą samoprzylepną.

Masa netto: 100, 500, 1000 i 2000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne”
dnia 21 maja 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1984 poz. 23)

4.1.2. Opakowania transportowe — worki z folii polietylenowej wg BN-77/6414-06 umieszczone w bębnach tekturowych¹⁾ lub w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3, umieszczając dodatkowo znak manipulacyjny — chronić przed mrozem wg PN-76/O-79251 p. 2.4.4. Węglan sodowy krystaliczny jest odczynnikiem bezpiecznym.

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo znaki manipulacyjne wg PN-76/O-79252 p. 2.4.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Węglan sodowy krystaliczny należy przechowywać w pomieszczeniach magazynowych. Temperatura pomieszczeń w granicach 5 ÷ 25°C. Okres gwarancji węglanu sodowego krystalicznego wynosi 12 miesięcy, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport węglanu sodowego krystalicznego może odbywać się dowolnym krytym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości węglanu sodowego i strat po prażeniu (3.2a i 3.2b),

b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),

c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),

d) oznaczanie zawartości siarki całkowitej (3.2e),

e) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),

f) oznaczanie zawartości azotanu całkowitego (3.2 g),

g) oznaczanie zawartości krzemianów (3.2h),

h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2i),

i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),

j) oznaczanie zawartości glinu (3.2k),

k) oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (3.2l),

l) oznaczanie zawartości potasu (3.2m),

m) oznaczanie zawartości arsenu (3.2n).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika ch.cz. i cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii — 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej — 100 g,

c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 161	10

d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości węglanu sodowego (Na₂CO₃) i strat po prażeniu

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., stężony i roztwór o $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 1$ mol/l lub kwas solny cz.d.a. i roztwór o $c(HCl) = 1$ mol/l.

b) Oranż metylowy, roztwór 0,1% (m/m), przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 5,0000 g badanego węglanu sodowego krystalicznego odważyć w uprzednio wyprażonym do stałej masy tygłu platynowym i przetrzymać w ekzykatorze w ciągu 24 h nad stężonym kwasem siarkowym. Następnie umieścić tygiel w łaźni piaskowej tak, żeby poziom piasku na zewnątrz znajdował się na poziomie preparatu w tygłu, ogrzewać stopniowo do temperatury 270 ÷ 300°C (termometr powinien być umieszczony w piasku obok tygla) i prażyć w tej temperaturze do stałej masy (dopuszcza się prażenie w suszarce w temperaturze 270 ÷ 300°C). Ze względu na higroskopijność preparatu, podczas ważenia tygiel umieszczać w naczynku wagowym.

Pozostałość po prażeniu rozpuścić w 50 ml wody, dodać 0,1 ml roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu siarkowego lub solnego 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 odmiareczkować roztworem kwasu solnego lub siarkowego do przejścia zabarwienia żółtego w oranżowe. Zawartość węglanu sodowego obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,053 \cdot 100}{a} = \frac{V_1 \cdot 5,3}{a} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu kwasu siarkowego lub solnego o stężeniu ściśle 1 mol/l, ml,

0,053 — ilość węglanu sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu solnego o stężeniu $c(HCl) = 1$ mol/l, g,

a — masa wyprażonej pozostałości, g.

Straty po prażeniu obliczyć w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m - a) \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m — odważka badanego węglanu sodowego, g,

a — masa wyprażonej pozostałości, g.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 7.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,3%.

5.3.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie 50,00 g badanego węglanu sodowego dla gat. ch.cz. i cz.d.a. lub 25,00 g dla gatunku cz. rozpuścić w zlewce pojemności 500 ml, ogrzewając w 400 ml wody. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 1 h na wrzącej łaźni wodnej. Roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy szklany tygiel o średnicy porów $10 \div 16 \mu\text{m}$. Pozostałość na tyglu przemyć 100 ml gorącej wody i wysuszyć w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$ do stałej masy. Stosując tygiel z filtrem z bibuły, należy go przemyć 100 ml 10% (m/m) roztworu węglanu sodowego, 100 ml wody i wysuszyć do stałej masy w warunkach oznaczania.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie obliczyć w procentach (X_3) wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

a — masa wysuszonej pozostałości, g,
 m — odważka badanego węglanu sodowego, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

5.3.3.1. Aparatura — wg PN-82/C-04518 p. 2.4.1.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.3.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-82/C-04518 p. 2.4.3.

5.3.3.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego rozpuścić w 35 ml wody, dodać ostrożnie, ciągle mieszając, 5 ml 25% (m/m) roztworu kwasu azotowego. W razie potrzeby roztwór przesączyć przez bezpopiołowy sączonek przemyty uprzednio 1% (m/m) gorącym roztworem kwasu azotowego. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-82/C-04518 p. 2.4.4, nie dodając roztworu kwasu azotowego.

Zawartość chlorków nie powinna przekraczać:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg,
dla odczynnika cz. — 0,06 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej (w przeliczeniu na SO_4^{2-})

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory. Brom cz.d.a., roztwór nasycony (woda bromowa), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.23.

Pozostałe odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.2.4.2. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-82/C-04519 p. 2.4.2.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego gatunku ch.cz. i cz.d.a. lub 1,00 g gatunku cz. rozpuścić w 10 ml wody, w kolbie stożkowej pojemności 50 ml z zaznaczoną objętością 26 ml, dodać 0,1 ml roztworu bromu, ogrzać roztwór do wrzenia, gotować w ciągu 2 min, ochłodzić, zubożnić ostrożnie (ciągle mieszając) 10% (m/m) roztworem kwasu solnego wobec papierka uniwersalnego. Następnie do roztworu dodać jeszcze 1 ml roztworu

kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować do wydzielania się bromu, dopełnić objętość roztworu wodą do 26 ml (w razie potrzeby przesączyć roztwór przez bezpopiołowy sączonek przemyty uprzednio gorącą wodą). Dalsze oznaczanie wykonać wg PN-82/C-04519 p. 2.4.3 — bez dodawania roztworu kwasu solnego.

Zawartość siarki ogólnej (w przeliczeniu na SO_4^{2-}) nie powinna przekraczać:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg,
dla odczynnika cz. — 0,06 mg.

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

5.3.5.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.2.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. roztwór 25% (m/m) $d(\text{HNO}_3) = 1,15 \text{ g/ml}$.

b) *p*-Nitrofenol cz.d.a. roztwór 0,2% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.28.

Pozostałe odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3.

5.3.5.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.4.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego zwilżyć 6 ml wody, dodać $1 \div 2$ kropel roztworu *p*-nitrofenolu, ostrożnie dodawać kroplami roztworu kwasu azotowego do rozpuszczenia się preparatu i odbarwienia roztworu. Objętość roztworu dopełnić wodą do 15 ml i dalsze oznaczanie wykonać wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5.

Zawartość fosforanów nie powinna przekraczać:

dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg.

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotanu całkowitego (N)

5.3.6.1. Aparatura — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.6.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do kolb kulistych odmierzyć kolejno: 1, 2, 3, 4 i 5 ml roztworu wzorcowego roboczego azotu, co odpowiada 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg azotu, uzupełnić objętość każdego roztworu wodą do 45 ml i wymieszać. Jednocześnie przygotować roztwór kontrolny, nie zawierający azotu.

Do każdego roztworu dodać 1 g stopu Devardy, 5 ml roztworu wodorotlenku sodowego i szybko połączyć kolby z aparatami do destylacji.

Wymieszać zawartość kolb i pozostawić na 1 h, okresowo mieszając. Po 1 h oddestylować z każdej kolby 25 ml roztworu do cylindra pomiarowego zawierającego 5 ml wody i 5 ml kwasu solnego. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 50 ml, dodać po 10 ml wody i wymieszać.

Jednocześnie, nie więcej niż do czterech kolb, dodać ostrożnie mieszając po 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego i po 1 ml odczynnika Nesslera lub Nesslera-Winklera, dopełnić objętość roztworów wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Po 20 min zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych i roztworu kontrolnego

w odniesieniu do wody za pomocą spektrofotometru przy długości 420 nm lub za pomocą fotokolorymetru przy długości fali 400 ÷ 450 nm w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 50 mm. Od absorbancji roztworu wzorcowego odjąć absorbancję roztworu kontrolnego (przy wartości absorbancji roztworu kontrolnego 0,4 i wyższych, pomiar należy prowadzić w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 20 mm).

Z otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych ilości azotu zawarte w roztworach wzorcowych (w mg), a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji. Jeżeli roztwory mają być przechowywane przez czas dłuższy niż 20 min, należy dodać do każdego z nich po 1 ml alkoholu poliwinylowego.

5.3.6.4. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego umieścić w kolbie kulistej aparatu destylacyjnego, rozpuścić w wodzie i dalej oznaczanie wykonać jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość azotu nie powinna przekraczać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,025 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg.

5.3.7. Oznaczanie zawartości kwasu krzemowego (SiO₂)

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-82/C-04522 p. 2.3.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 20% (m/m).
- b) *p*-Nitrofenol wskaźnik, roztwór 0,2% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.28.

Pozostałe odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04522 p. 2.4.

5.3.7.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-82/C-04522 p. 2.5.1.

5.3.7.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego odważonego w parownicy platynowej rozpuścić w 10 ml wody, dodać 1 ÷ 2 kropel roztworu *p*-nitrofenolu, zobojętnić roztworem kwasu siarkowego, dodając kwas kroplami do odbarwienia roztworu, przy jednoczesnym mieszaniu platynową szpachelką.

Następnie do roztworu dodać 0,5 ml nadmiaru tego kwasu. Roztwór przenieść do kolby stożkowej pojemności 50 ml (z zaznaczoną objętością 20 ml), ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 5 min, ochłodzić, dopełnić objętość roztworu do 20 ml i dalej oznaczanie wykonać wg PN-82/C-04522 p. 2.5.2.

Zawartość kwasu krzemowego nie powinna przekraczać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg.

5.3.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.4.3. oraz kwas solny cz.d.a. roztwór 25% (m/m).

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 ml (z zaznaczoną objętością 20 ml), zwilżyć 10 ml wody, ostrożnie zobojętnić roz-

tworem kwasu solnego wobec papierka uniwersalnego, uzupełnić objętość roztworu wodą do 20 ml i dalej oznaczanie prowadzi metodą tioacetamidową wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4 lub p. 2.4.5.

Zawartość metali ciężkich (Pb²⁺) nie powinna przekraczać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg,
- dla odczynnika cz. — 0,025 mg.

5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.9.1. Aparatura — wg PN-81/C-04521/03 p. 3.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/03 p. 4.

5.3.9.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-81/C-04521/03 p. 7a).

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego węglanu sodowego krystalicznego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml (z zaznaczoną objętością 20 ml), dodać 15 ml wody. Następnie mieszając po kropli dodać 5 ml roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować 5 min. Roztwór ochłodzić, dopełnić objętość roztworu wodą do 20 ml i dalej oznaczanie wykonać wg PN-81/C-04521/03 p. 7b), nie dodając roztworu kwasu solnego. Zawartość żelaza nie powinna przekraczać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg,
- dla odczynnika cz. — 0,025 mg.

W razie konieczności do wyniku analizy wnosi się poprawkę na zawartość żelaza w stosowanej do neutralizacji ilości roztworu kwasu solnego, oznaczoną doświadczalnie.

5.3.10. Oznaczanie zawartości glinu (Al³⁺)

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Aluminon cz.d.a., roztwór 0,1% (m/m) przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.3, nie mniej niż na 1 h przed wykonaniem oznaczania. Roztwór jest trwały w ciągu 5 dni.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10% (m/m).

c) Kwas octowy lodowaty.

d) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 5% (m/m), sprawdzony na nieobecności glinu w warunkach oznaczania 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 pozostać bezbarwny.

e) Roztwór porównawczy przygotowany w następujący sposób:

- do 5,75 ml wody zawierającej
- dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Al,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Al,
- dla odczynnika cz. — 0,03 mg Al

dodać 10 ml roztworu octanu amonowego, 0,75 ml kwasu octowego i 1 ml roztworu aluminonu. Po 5 min dodać 10 ml roztworu węglanu amonowego i wymieszać.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Al³⁺, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.31 i rozcieńczony w stosunku 1 ÷ 99; 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Al³⁺.

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

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego rozpuścić w 15 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 50 ml, ostrożnie mieszając dodać 1,5 ml kwasu octowego, 1 ml roztworu aluminonu i wymieszać. Po 5 min dodać 10 ml roztworu węglanu amonowego i ponownie wymieszać.

Badany węglan sodowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego jednocześnie.

5.3.11. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (w przeliczeniu na Mg)

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnikowa, przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.6.9.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10% (m/m).

c) Papierki wskaźnikowe uniwersalne

d) Roztwór buforowy pH 9,5 ÷ 10 przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90; 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Mg^{2+} .

f) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5.6.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego rozpuścić w 90 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 250 ml, roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego do pH 7 wobec papierka uniwersalnego (około 12 ml). Roztwór ogrzać do wrzenia, ostrożnie gotować w ciągu 5 min i ochłodzić.

Następnie do roztworu dodać 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.

Jednocześnie 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+}) obliczyć w procentach (X_4) wg wzoru

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,000243 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu ściśle $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania badanego roztworu, ml,

V_2 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu ściśle $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania kontrolnego roztworu, ml,

0,000243 — ilość magnezu odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o stężeniu ściśle $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$ g.

m — odważka badanego węglanu sodowego, g.

W razie konieczności do wyniku oznaczania wprowadzić poprawkę na zawartość magnezu i wapnia w kwasie solnym, wyznaczoną doświadczalnie po odparowaniu 12 ml roztworu kwasu solnego.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,0006%.

5.3.12. Oznaczanie zawartości potasu (K^+)

5.3.12.1. Aparatura

Fotometr płomieniowy z kompletnym wyposażeniem

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy sp. cz., roztwór 10% (m/m) — roztwór B. Wszystkie roztwory podstawowe i roztwory porównawcze, a także wodę stosowaną do ich przygotowania, przechowuje się w naczyniach polietylenowych lub kwarcowych.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1 + 4

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony K^+ , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49 i rozcieńczony w stosunku 2 : 98,

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego 0,02 mg K^+ roztwór A.

d) Woda demineralizowana lub podwójnie destylowana z naczyń wzorcowych.

5.3.12.3. Przygotowanie do oznaczania

a) Przygotowanie roztworu badanego. 1,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego rozpuścić w 30 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, mieszając ostrożnie dodać 2,5 ml roztworu kwasu solnego, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i ponownie starannie wymieszać (do analizy wziąć nie mniej niż dwie odważki preparatu).

b) Przygotowanie roztworów wzorcowych. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić po 20 ml wody, 24,3 ml roztworu B i podane w tabl. 3 ilości roztworu A (roztwór B wprowadzić w ilości równoważnej do zawartości sodu w badanym roztworze).

Tablica 3

Ilość roztworu A, ml	Zawartość potasu w roztworze wzorcowym, mg/100 ml	Zawartość potasu w roztworze wzorcowym w przeliczeniu na preparat, %
0,0	0,00	0,000
0,5	0,01	0,001
1	0,02	0,002
2	0,04	0,004
4	0,08	0,008
6	0,12	0,012

Objętość każdego roztworu dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

5.3.12.4. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie wykonać w płomieniu propan-butan-powietrze, wykorzystując linię analityczną potasu 766,5 nm.

Ściśle przestrzegając ustalonych w instrukcji warunków pomiaru należy zmierzyć absorbancję wody stosowanej do przygotowania roztworów, badanego roztworu i roztworów wzorcowych w kolejności wzrastających stężeń potasu. Następnie przeprowadzić pomiary w odwrotnej kolejności, zaczynając od stężenia najwyższego i wyliczyć średnie arytmetyczne wartości absorbancji dla każdego roztworu, uwzględniając jako poprawkę wynik otrzymany dla pierwszego roztworu wzorcowego.

Po wykonaniu każdego pomiaru rozpylić wodę. Z otrzymanych wyników dla roztworów wzorcowych wykreślić krzywą wzorcową w układzie współrzędnych, odkładając: absorbancję na osi rzędnych, a zawartość potasu w przeliczeniu na preparat na osi odciętych.

Zawartość potasu wyznaczyć z krzywej wzorcowej lub metodą roztworów granicznych.

Oznaczając zawartość potasu metodą roztworów granicznych należy dokonać pomiarów dwóch roztworów porównawczych i roztworu badanego.

Stężenie potasu w jednym z roztworów wzorcowych powinno być niższe, a w drugim wyższe, niż w roztworze badanym. Zawartość potasu obliczyć w procentach (X_5) wg wzoru

$$X_5 = \left[\rho_1 + \frac{(\rho_2 - \rho_1) \cdot (a - a_1)}{a_2 - a_1} \right] \cdot \frac{100}{m \cdot 1000} \quad (5)$$

w którym:

- ρ_1 — zawartość potasu w roztworze wzorcowym o niższym stężeniu, mg/100 ml,
- ρ_2 — zawartość potasu w roztworze wzorcowym o wyższym stężeniu, mg/100 ml,

a — wskazania przyrządu przy pomiarze roztworu badanego, w podziałkach skali,

a_1 — wskazania przyrządu przy pomiarze roztworu wzorcowego o niższym stężeniu, w podziałkach skali,

a_2 — wskazania przyrządu przy pomiarze roztworu wzorcowego o wyższym stężeniu, w podziałkach skali,

m — odważka badanego węglanu sodowego, g.

Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10%.

5.3.13. Oznaczanie zawartości arsenu

5.3.13.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2 ze szklanymi rurkami o średnicy $2 \div 3$ mm.

5.3.13.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz *p*-nitrofenol — wskaźnik, roztwór 0,2% (m/m), przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.28.

5.3.13.3. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego węglanu sodowego krystalicznego rozpuścić w 15 ml wody, w kolbie aparatu do oznaczania arsenu. Roztwór ostrożnie zubożyć roztworem kwasu solnego wobec $1 \div 2$ kropel roztworu *p*-nitrofenolu, dopełnić objętość roztworu wodą do 30 ml. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6.

Badany węgiel sodowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli obserwowane po 1,5 h zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór porównawczy, przygotowany jednocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,0005 mg As,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,001 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,0015 mg As

i te same ilości odczynników.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” Gliwice — Zakład Odczynników Chemicznych Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-50

a) zaostrożono wymagania dla wszystkich gatunków produktu, dostosowując do wymagań normy RWPG CT CЭB 1749-79,

b) złagodżono wymagania dotyczące zawartości żelaza dla gatunku cz. dostosowując do wymagań normy RWPG CT CЭB 1749-79,

c) wprowadżono metody badań zgodne z normą RWPG CT CЭB 1749-79,

d) wprowadżono nowy sposób wyrażania stężeń roztworów w molach na litr.

3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-82/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-82/C-04522 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości kwasu krzemowego w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie 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

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewnianych 800×1200-EUR

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie bez fałd bocznych, zgrzewane

BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCh do odczynników chemicznych

4. Normy międzynarodowe

RWPG CT CЭВ 1749-79 Реактивы. Натрий углекислый, 10-водный — norma zgodna.

5. Symbol wg SWW

ch.cz. — 1331-43,
cz.d.a. — 1331-11,
cz. — 1331-42.

6. Autor projektu normy — mgr inż. Jadwiga Płoucha — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne” Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

7. Inne dokumenty — ZN-79/ZZG-III-177 Bębny transportowe zwijane z papieru. Ogólne wymagania i badania.

8. Inne metody. Przy oznaczaniu zawartości chlorków, siarki, fosforanów, azotu całkowitego, kwasu krzemowego, żelaza i metali ciężkich, jako metody arbitrażowe przyjmuje się metody fotokolorymetryczne, lecz dopuszcza się:

— oznaczanie chlorków metodą wizualną wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3,

— oznaczanie siarki ogólnej metodą wizualną wg PN-82/C-04519 p. 2.3.2.,

— oznaczanie fosforanów metodą wizualną,

— oznaczanie azotu całkowitego metodą wizualną,

— oznaczanie kwasu krzemowego metodą wizualną,

— wykonanie zakończenia oznaczania żelaza metodą wizualną lub metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli wg PN-81/C-04521/02.

Dopuszcza się wykonanie oznaczania potasu przy zastosowaniu innych gazów palnych i innych aparatów zapewniających konieczną dokładność metody.