

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78 <hr/> 6191-27
	Odczynniki	
	Kwaśny siarczan sodowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwaśny siarczan sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwaśny siarczan sodowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 138,08.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównych składników i zanieczyszczeń w normie ustalono trzy gatunki kwaśnego siarczanu sodowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwaśnego siarczanu sodowego chemicznie czystego:

KWAŚNY SIARCZAN SODOWY ch.cz. — BN-77/6191-27

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwaśny siarczan sodowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwaśny siarczan sodowy 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 lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość kwaśnego siarczanu sodowego $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, %	99—101	98,5—101,5	98,0—102
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
c) Krzemianów (SiO_2^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,04
d) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,00025	0,0005	0,001
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,00025	0,0005	0,001
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,001
i) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,0025	0,005
j) Magnezu (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0004	0,0012
k) Glinu (Al^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	nie normalizuje się	nie normalizuje się
l) Arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,00002	0,00005	0,0001

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 9 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1978 poz. 51)

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 g.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- Oznaczanie zawartości kwaśnego siarczanu sodowego (3.2a),
- Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- Oznaczanie zawartości krzemianów (3.2c),
- Oznaczanie zawartości azotanów (3.2d),
- Oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),
- Oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),
- Oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- Oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- Oznaczanie zawartości wapnia (3.2i),
- Oznaczanie zawartości magnezu (3.2j),
- Oznaczanie zawartości glinu (3.2k),
- Oznaczanie zawartości arsenu (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500 przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby jednostkowej,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej 350 g.

Tablica 2

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

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości kwaśnego siarczanu sodowego ($\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 1N roztwór,
- Czerwień metylowa — wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 5,0000 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić

w 50 cm³ wody. Roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej jako wskaźnika.

Zawartość kwaśnego siarczanu sodowego w procentach (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 13808 \cdot 100}{m} = \frac{13,808 \cdot V}{m} \quad (1)$$

w którym:

- V — objętość ściśle 1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m — odważka badanego kwaśnego siarczanu sodowego, g,
- 0,13808 — ilość kwaśnego siarczanu sodowego odpowiadającego 1 cm³ ściśle 1N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory. Chlorek barowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 40,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 300 cm³ wody w zlewce pojemności 500 ÷ 600 cm³. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g, szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą aż do zaniku reakcji na jon siarczanowy (próba z roztworem chlorku barowego) i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{40} \quad (2)$$

w którym: m — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości krzemianów (SiO_2)

5.3.3.1. Aparatura

- Fotokolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 795 nm.
- Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.
- pehametr.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Woda redestylowana.
- Kwas solny cz.d.a. 1,19 i 4N: przygotować przez rozcieńczenie 330 cm³ kwasu solnego 1,18 w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.
- Kwas siarkowy cz.d.a. 9N: przygotować przez rozcieńczenie 250 cm³ kwasu siarkowego

1,84 w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

d) Kwas borowy cz.d.a., roztwór nasycony w temperaturze pokojowej (48 g/1000 cm³).

e) Kwas szczawiowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór,

f) Kwas fluorowodorowy cz.d.a., 14-procentowy roztwór,

g) Molibdenian sodowy lub amonowy cz.d.a., 14-procentowy roztwór, przygotowany w zlewce polietylenowej w temperaturze 500°C. Po ochłodzeniu roztwór przesączyć i uzupełnić wodą.

h) Dwutlenek krzemu cz.d.a., wyprażony uprzednio w ciągu 1 h w temperaturze 1000°C i ostudzony w eksykatorze nad pięciotlenkiem fosforu.

i) Roztwór wzorcowy zawierający dwutlenek krzemu przygotowany w następujący sposób: 1,0000 g wyprażonego dwutlenku krzemu rozpuścić 20 cm³ roztworu ługu sodowego 27-procentowego w zlewce polietylenowej na łaźni wodnej, całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

1 cm³ otrzymanego roztworu podstawowego zawiera 1 mg SiO₂.

Roztwór roboczy przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego w stosunku 10:990. 1 cm³ otrzymanego roztworu zawiera 0,01 mg SiO₂.

j) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

k) Mieszanina redukująca przygotowana w następujący sposób: rozpuścić 7,0 g bezwodnego siarczynu sodowego cz.d.a. w 50 cm³ wody.

Następnie dodać 1,5 g kwasu 1-amino, 2-naftolo-4-sulfonowego i rozpuścić mieszając (Roztwór I). Rozpuścić 9,0 g pirosiarczynu sodowego bezwodnego cz.d.a. w 90,0 cm³ wody (Roztwór II).

Zmieszać roztwór I i II i przesączyć do oziębionej butelki. Roztwór ten można przechowywać w okresie 2 ÷ 3 tygodni.

5.3.3.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. W zlewkach z polietylenu przygotować roztwory robocze zawierające: 0,01, 0,02, 0,05, 0,075 i 0,1 mg SiO₂. Dodać 0,5 cm³ kwasu fluorowodorowego, wymieszać i ogrzać w ciągu 5 min na łaźni wodnej. Zawartość zlewki rozcieńczyć wodą do 25 cm³, dodać 4 cm³ roztworu kwasu solnego 4N, 20 cm³ roztworu kwasu borowego i 10 cm³ roztworu molibdenianu sodowego, wymieszać i pozostawić na 10 min. Następnie sprawdzić pH roztworu, które powinno wynosić 1,1 ± 0,1. Dodać mieszając 5 cm³ kwasu szczawiowego, pozostawić na 5 min i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Dodać następnie 2 cm³ mieszaniny

redukującej wg 5.3.3.2k), uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Po 10 min przelać roztwór do kuwety i mierzyć absorbancję przy długości fali 765 ÷ 795 nm, stosując jako odnośnik roztwór kontrolny. Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości SiO₂ w miligramach.

5.3.3.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczynu sodowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w wodzie redestylowanej, rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Pobrać 20 cm³ (0,2 g) roztworu, przenieść do zlewki polietylenowej, dodać 0,1 cm³ fenoloftaleiny i zobojętnić kwasem solnym 4N, dodać 0,5 cm³ kwasu fluorowodorowego, wymieszać, ogrzać na łaźni wodnej w ciągu 5 min i dalej postępować jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Równocześnie przygotować roztwór kontrolny. Zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu po upływie 10 min, stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm, przy długości fali 765 ÷ 795 nm, nastawiając zero fotokolorymetru na równocześnie przygotowany roztwór kontrolny.

Wszystkie operacje powinny być wykonane w naczyniach polietylenowych.

Szkło (naczynia i butelki) należy myć gorącą mieszaniną chromową i dobrze płukać wodą redestylowaną.

Stężenie SiO₂ w badanej próbce odczytać z krzywej wzorcowej w miligramach.

Zawartość SiO₂ (X₂) w badanym kwaśnym siarczynie sodowym obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 20 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 2} \quad (3)$$

w którym:

m — stężenie SiO₂ odczytane z krzywej wzorcowej, mg,

*m*₁ — odważka badanego kwaśnego siarczynu sodowego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu kontrolnego dodać:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg SiO₂²⁻,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg SiO₂²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,08 mg SiO₂²⁻.

5.3.4. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04509.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczynu sodowego rozpuścić w wodzie i dopełnić objętość wodą do 10 cm³.

Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04509.

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe niebieskie

zabarwienie badanego roztworu po upływie 5 min nie będzie słabsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg NO_3^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg NO_3^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg NO_3^- .

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 20 cm^3 wody. Roztwór zobojętnić roztworem amoniaku i następnie dodać 4 cm^3 roztworu kwasu azotowego i 1 cm^3 roztworu azotanu srebra.

Dalej wykonywać oznaczanie wg PN-68/C-04518, Sposób A.

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Cl^- .

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 5 cm^3 wody. Roztwór zobojętnić roztworem amoniaku, dopełnić objętość wodą do 15 cm^3 .

Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,0125 mg PO_4^{3-} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg PO_4^{3-} ,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg PO_4^{3-} .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.
- b) Kwas octowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.
- c) 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+} .

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 10 cm^3 wody, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego (około 9 cm^3). Do roztworu dodać 1 cm^3 kwasu octowego, 1 cm^3 winianu sodowo-potasowego, 5 cm^3 wodorotlenku sodowego oraz 1 cm^3 roztworu tioacetamidu. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 25 cm^3 .

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Pb^{2+} .

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

5.3.8.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-75/C-04521/02 p. 3.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521/02 p. 4.

Amoniak cz.d.a. 25-procentowy roztwór.

5.3.8.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50 cm^3 : 0,002, 0,005, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04 i 0,05 mg Fe.

Każdy z tych roztworów przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 . Do roztworów dodać 0,2 cm^3 roztworu kwasu solnego i 5 cm^3 roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy.

Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10 cm^3 roztworu kwasu cytrynowego, 5 cm^3 roztworu 2,2'-dwupirydylu, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Po 30 min przelać roztwór do kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm i mierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm.

Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydylu.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, zobojętnić roztworem amoniaku i dalej postępować wg PN-75/C-04521/02 p. 7. Z otrzy-

manyh danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza.

Zawartość żelaza (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \quad (4)$$

w którym:

- m — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m_1 — odważka badanego kwaśnego siarczanu sodowego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu porównawczego dodać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,002 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,01 mg Fe^{3+} .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., 10-procentowy roztwór.
- b) Papierki lakmusowe.
- c) Mureksyd (sól amonowa kwasu purpurowego), 0,05-procentowy roztwór, trwałe dwie doby.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10 : 990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .
- e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 1N roztwór.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 50 cm^3 wody, zobojętnić roztworem amoniaku wobec papierka lakmusowego i uzupełnić objętość wodą do 100 cm^3 .

5 cm^3 otrzymanego roztworu (0,1 g badanego preparatu) przenieść do kolby pojemności 25 cm^3 , uzupełnić objętość wodą do 8 cm^3 , dodać 1 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, 1 cm^3 roztworu mureksydu i całość wymieszać.

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 2 min, obserwowany w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła różowy odcień badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od różowego odcienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,001 mg Ca^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg Ca^{2+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,005 mg Ca^{2+} oraz 1 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm^3 roztworu mureksydu.

Dopuszcza się przeprowadzenie oznaczania na fotometrze płomieniowym.

5.3.10. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+})

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Żółcień tytanowa, wskaźnik, roztwór 0,05-procentowy.

- b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy nie zawierający węglanów, przygotowany przez rozcieńczenie 50-procentowego roztworu przygotowanego wg PN-68/C-06500 p. 2.2.35.

- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 13 cm^3 wody, dodać 0,2 cm^3 roztworu żółcień tytanowej, 2,8 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i wymieszać.

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,002 mg Mg^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,004 mg Mg^{2+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,012 mg Mg^{2+} oraz 0,2 cm^3 roztworu żółcień tytanowej i 2 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego. Po dodaniu każdego odczynnika należy roztwór wymieszać.

W razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę na zawartość magnezu w stosowanych do oznaczania ilościach roztworu wodorotlenku sodowego.

5.3.11. Oznaczanie zawartości glinu (Al^{3+})

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) Aluminon cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.
- b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Tioglikolan amonowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- d) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- e) Octan sodowy cz.d.a.
- f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Al^{3+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10 : 990.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Al^{3+} .

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 10 cm^3 wody, dodać 3 cm^3 roztworu amoniaku i 2,5 cm^3 roztworu kwasu octowego.

Następnie do roztworu dodać 0,5 cm^3 roztworu tioglikolanu amonowego, 1,0 g octanu sodowego i wymieszać, a następnie do roztworu dodać 0,5 cm^3 roztworu aluminonu.

Badany kwaśny siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w ciągu 5 min czerwone zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roz-

tworu porównawczego, przygotowanego w następujący sposób: 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w 20 cm³ wody. Następnie 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 badanego preparatu) przesączu nie zawierającego glinu dodać: dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Al³⁺ oraz 2,5 cm³ roztworu kwasu octowego, 1,0 g octanu sodowego, 0,5 cm³ roztworu tioglikolanu amonowego i 0,5 cm³ roztworu aluminonu.

5.3.12. Oznaczanie zawartości arsenu (As³⁺)

5.3.12.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-75/C-04511 p. 2.2.

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04511 p. 2.3.

5.3.12.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

5.3.12.4. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego kwaśnego siarczanu sodowego rozpuścić w

25 cm³ wody, dodać 10 cm³ kwasu solnego i uzupełnić wodą do objętości 40 cm³, dodać 2 cm³ jodku potasowego, 2 cm³ chlorku cynawego i dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość arsenu w miligramach w próbce analitycznej odczytać z krzywej wzorcowej.

Oddzielnie należy wykonać próbę kontrolną z wszystkimi odczynnikami używanymi do przygotowywania próbki analitycznej i wynik odjąć od zawartości arsenu w próbce analitycznej.

Zawartość arsenu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \quad (5)$$

w którym:

m — zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m_1 — odważka badanego produktu, g.

Dopuszcza się oznaczanie arsenu metodą Gutzeita, wg Farmakopeii Polskiej IV, tom I str. 75, metoda II.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Normy związane

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

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych

zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydylu

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

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

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

3. Dokumenty międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG 4881-75.

Реактивы. Натрий серноокислый кислый.

4. Symbol wg SWW:

ch.cz. 1331-43,

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.

5. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-75/MPCh/POCh-106.