

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69 <hr/> 6191-88
	Odczynniki <b>Węglan sodowy bezwodny</b>	
	Grupa katalogowa X 51	

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-75/C-04511 Odczynniki. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

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 kolorymetrii i nefelometrii

PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń różni 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

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)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
l) Wapnia i magnezu ( $Mg^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,04
m) Potasu ( $K^+$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,02	0,04
n) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00002	0,00005	0,00005

#### 4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Węglan sodowy bezwodny należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/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 wykażą, 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-70/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  $Na_2CO_3$  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-76/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  $270 \pm 300^\circ C$  i prażyć w tej temperaturze do stałej masy (temperaturę należy sprawdzić termometrem umieszczonym w piasku koło tygla).

Pozostałość otrzymaną po prażeniu (a) rozpuścić w  $50 \text{ cm}^3$  wody, dodać  $0,1 \text{ cm}^3$  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  $2 \pm 3$  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,  $\text{cm}^3$ ,

$m$  - masa wyprażonej pozostałości, g,

0,053 - ilość węglanu sodowego odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  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  $250 \text{ cm}^3$  wody. Roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć  $100 \text{ cm}^3$  gorącej wody i wysuszyć w temperaturze  $105 \pm 110^\circ C$  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 ( $Cl^-$ )

###### 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.  $1 \text{ cm}^3$  rozcieńczonego roztworu zawiera  $0,01 \text{ mg } Cl^-$ .

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w  $35 \text{ cm}^3$  wody, dodać ostrożnie, ciągle mieszając,  $5 \text{ cm}^3$  25-procentowego roztworu kwasu azotowego. Roztwór w razie potrzeby przesączyć przez bezpopiołowy sączonek przemyty uprzednio 1-procentowym gorącym roztworem kwasu azotowego, dodać  $1 \text{ cm}^3$  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 przesączony przez twardy, bezpopiołowy sączek.
- d) Chlorek barowy cz. d. a., roztwór 20-procentowy, przygotowany w następujący sposób: 20 g chlorku barowego rozpuścić w 80  $\text{cm}^3$  wody. W razie potrzeby roztwór chlorku barowego przesączyć po 24 h przez przemyty, twardy, bezpopiołowy sączek.
- e) Wzorcowy roztwór siarczanów, przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego węgla-nu sodowego bezwodnego rozpuścić w 10  $\text{cm}^3$  wody, dodać 0,1  $\text{cm}^3$  roztworu bromu, ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 2 min, oziębic, zubożyc ostrożnie, ciągle mieszając, roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego.

Następnie do roztworu dodać jeszcze 1  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować do wydzielenia się bromu, oziębic, dopełnić objętość roztworu wodą do 25  $\text{cm}^3$  i w razie potrzeby przesączyć przez bezpopiołowy sączek przemyty uprzednio gorącą wodą.

Następnie do roztworu dodać 3  $\text{cm}^3$  roztworu skrobi, dodać 3  $\text{cm}^3$  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 FN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węgla-nu sodowego bezwodnego zwilżyć 6  $\text{cm}^3$  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  $\text{cm}^3$  i wykonać oznaczanie 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 węgla-nu sodowego bezwodnego umieścić w kolbie aparatu do destylacji, rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody i wykonać oznaczanie 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 węgla-nu sodowego bezwodnego odważonego w parownicy platynowej rozpuścić w 10  $\text{cm}^3$  wody, dodać 1÷2 kropli roztworu p-nitrofenolu, zubożyc roztworem kwasu siarkowego dodając kwas kroplami do odbarwienia roztworu, przy równoczesnym mieszaniu platynową szpachelką.

Następnie do roztworu dodać 0,25  $\text{cm}^3$  nadmiaru tego kwasu.

Roztwór przenieść do kolby stożkowej pojemności 50  $\text{cm}^3$  (z kreską do 20  $\text{cm}^3$ ) ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 5 min, oziębic, doprowadzić objętość roztworu do kreski (do 20  $\text{cm}^3$ ) i dalej oznaczanie 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 ( $\text{Pb}^{2+}$ )

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  $\text{cm}^3$  wody. Otrzymany roztwór zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego, a następnie 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  $\text{Pb}^{2+}$

dla odczynnika cz. d. a. 0,01 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$

i te same ilości odczynników.

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

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-75/C-04521.02.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 20  $\text{cm}^3$  wody i roztwór zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu azotowego wobec papierka lakmusowego, następnie dodać jeszcze 1  $\text{cm}^3$  tego kwasu i wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04521.02.

Badany węglan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe 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. - 0,009 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,

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

dla odczynnika cz. - 0,03 mg  $\text{Fe}^{3+}$

i te same ilości odczynników.

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

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Aluminon cz. d. a. , roztwór 0,1-procentowy przygoto-

wany nie mniej niż na 1 h przed wykonaniem oznaczania. 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  $\text{cm}^3$  roztworu amoniaku i 40  $\text{cm}^3$  wody, dopełnić objętość roztworu wodą do 100  $\text{cm}^3$  i wymieszać.

d) Octan amonowy, roztwór 5-procentowy zbadany na nieobecność glinu w następujący sposób: do roztworu zawierającego 5,75  $\text{cm}^3$  wody, 10  $\text{cm}^3$  roztworu octanu amonowego i 0,75  $\text{cm}^3$  kwasu octowego dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu aluminonu i po 5 min 10  $\text{cm}^3$  roztworu octanu amonowego. W ciągu 10 min roztwór powinien być bezbarwny.

e) Kwas octowy lodowaty.

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

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 15  $\text{cm}^3$  wody, dodać ostrożnie, mieszając, 1,5  $\text{cm}^3$  kwasu octowego, 1  $\text{cm}^3$  roztworu aluminonu i wymieszać. Po 5 min dodać 10  $\text{cm}^3$  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  $\text{cm}^3$  wody zawierającej:

dla odczynnika ch. cz. - 0,01 mg  $\text{Al}^{3+}$ ,

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

dodać 10  $\text{cm}^3$  roztworu octanu amonowego, 0,75  $\text{cm}^3$  kwasu octowego i 1  $\text{cm}^3$  roztworu aluminonu.

Po 5 min dodać 10  $\text{cm}^3$  roztworu węglanu amonowego i wymieszać.

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

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Wersenian dwusodowy cz. d. a. , roztwór 0,01N przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 10 przygotowany wg PN-68/C-04950.

d) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika, przygotowana wg PN-68/C-04950.

e) Papierki lakmusowe.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Mg}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Mg}^{2+}$ .

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 90  $\text{cm}^3$  wody, roz-

twór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego (około 16 cm<sup>3</sup>), roztwór ogrzać do wrzenia, ostrożnie gotować w ciągu 5 min i oziębic. Następnie do roztworu dodać, ciągle mieszając, 1 cm<sup>3</sup> roztworu zawierającego 0,1 mg Mg<sup>2+</sup>, 5 cm<sup>3</sup> 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 miareczkować roztwór kontrolny, zawierający w tej samej objętości 1 cm<sup>3</sup> roztworu zawierającego 0,1 mg Mg<sup>2+</sup>, te same ilości roztworu buforowego i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy magnezu i wapnia (w przeliczeniu na Mg<sup>2+</sup>) ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0,000243 \cdot 100}{2,5} = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0,0243}{2,5}$$

w którym:

$V_2$  - objętość ściśle 0,01N roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania badanego roztworu, cm<sup>3</sup>,

$V_3$  - objętość ściśle 0,01N roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania kontrolnego roztworu, cm<sup>3</sup>,

0,000243 - ilość magnezu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01N 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 cm<sup>3</sup> 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<sup>+</sup> (1 mg/cm<sup>3</sup>), przygotowany wg PN-68/C-04953 i rozcieńczony w stosunku 20:980. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,02 mg K<sup>+</sup>.

d) Kwaśny węglan 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 cm<sup>3</sup>, wprowadzić po 20 cm<sup>3</sup> wody, roztwór kwaśnego węglanu sodowego w ilości równo-

ważnej zawartości sodu w badanym roztworze i niżej podane ilości potasu (w postaci roztworu chlorku potasowego, zawierającego 0,02 mg K w 1 cm<sup>3</sup>).

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 węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> w 30 cm<sup>3</sup> wody. Do roztworu dodać ostrożnie, równocześnie mieszając, 7,5 cm<sup>3</sup> 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-75/C-04511 p. 2.3 oraz p-nitrofenol - wskaźnik, roztwór 0,2-procentowy.

5.2.13.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej - wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

5.2.13.3. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu sodowego bezwodnego rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> w 15 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór ostrożnie zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec p-nitrofenolu, dopełnić objętość roztworu kwasem solnym do stężenia około 3N i wodą do objętości 40 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511.

Zawartość arsenu nie powinna przekraczać:

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.

INFORMACJE DODATKOWE1. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-80008

cz. d. a. 1331-11

a) wprowadzono gatunek "chemicznie czysty",

cz. 1331-425

b) podano wymagania dla produktu ch. cz. oraz zaostrożono 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 Реактивы. Натрий углекислый безводный.

3. Symbole wg SWW dla odczynnika:

ch. cz. 1331-435

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'-dwupirydylu wg PN-75/C-04521.02,
- oznaczanie zawartości metali ciężkich p. 5.2.8 normy
- metoda z zastosowaniem tioacetamidu wg PC 1132-67.

5. Uwagi do wydania II. Uaktualniono normy związane.