

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki	6191-135
	Siarczyny sodowy uwodniony	Grupa katalogowa X 51

### 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest stabilizowany siarczyny sodowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczyny sodowy uwodniony ma:

- wzór chemiczny  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,
- ciężar cząsteczkowy 252,16 (1964 r.).

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki siarczyny sodowego uwodnionego oznaczane:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** siarczyny sodowego uwodnionego czystego do analizy:

SIARCZYN SODOWY UWODNIONY cz.d.a.  
BN-74/6191-135

### 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Siarczyny sodowy uwodniony powinien mieć postać bezbarwnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie, łatwo odwadniających się i łatwo utleniających się na powietrzu.

#### 3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość siarczyny sodowego uwodnionego ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , % nie mniej niż	96	91
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie mniej niż	0,005	0,01
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Tiosiarczanów ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,02	0,04

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Metali ciężkich strąconych siarkowodorem ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,001
f) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
h) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00002	0,00005
i) Kwaśnego siarczyny sodowego ( $\text{NaHSO}_3$ )	nie zawiera	
j) Węglanów ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), %, nie więcej niż	0,16	0,16

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczyny sodowy uwodniony 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 teksturowaną chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 g, 50 kg.

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

### 5. BADANIA

#### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości siarczyny sodowego uwodnionego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 30 listopada 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

- c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości tiosiarczanów (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości wapnia (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości arsenu (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości kwaśnego siarczynu sodowego (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości węglanów (3.2j).

**5.2. Pobieranie próbek.** Średnią próbkę laboratoryjną pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 400 g.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczynu sodowego uwodnionego ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )**

#### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jod cz.d.a., 0,1n roztwór.
- b) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., 0,1n roztwór.
- c) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- d) Skrobia, 1-procentowy roztwór świeżo przyrządzony.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie należy wykonać natychmiast po otwarciu słoika. Odważyć szybko 0,2500 g badanego siarczynu sodowego uwodnionego, w przykrytym naczyniu wagowym o średnicy 1,5 cm i wysokości 3 cm. Wrzucić z naczynkiem wagowym bez przykrywki do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, z doszlifowanym korkiem, zawierającej 50 cm<sup>3</sup> roztworu jodu odmierzonego biuretą, 50 cm<sup>3</sup> wody i 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, kolbę zamknąć, zawartość dobrze wymieszać i nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Równocześnie wykonać badanie kontrolne, miareczkując tiosiarczanem sodowym roztwór zawierający 50 cm<sup>3</sup> roztworu jodu odmierzonego biuretą, 50 cm<sup>3</sup> wody i 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego.

Zawartość siarczynu sodowego uwodnionego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,012608 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V) \cdot 1,2608}{m}$$

w którym:

$V_1$  — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania kontrolnej próby, cm<sup>3</sup>,

$V$  — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka badanego siarczynu sodowego, g,

0,012608 — ilość  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu jodu, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 20,00 g badanego siarczynu sodowego uwodnionego rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> gorącej wody, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczyn sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,
- dla odczynnika cz. — 2 mg.

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

**5.3.3.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04518 oraz nadtlenek wodoru cz.d.a., 30-procentowy roztwór.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego siarczynu sodowego uwodnionego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, dodać 4 cm<sup>3</sup> roztworu nadtlenu wodoru i pozostawić przez 30 min, następnie rozcieńczyć roztwór wodą do 100 cm<sup>3</sup>. Pobrać 20 cm<sup>3</sup> tego roztworu (0,4 g) i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany siarczyn sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze nie będzie większa od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $\text{Cl}^-$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $\text{Cl}^-$ .

### 5.3.4. Oznaczanie zawartości tiosiarczanów ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ )

#### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra, 0,1n roztwór.
- b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ .

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego siarczynu sodowego uwodnionego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody w cylindrze pojemności 50 cm<sup>3</sup> z doszlifowanym korkiem, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra, 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego, cylinder zatkać korkiem, mocno wstrząsnąć i pozostawić na 5 min.

Badany siarczyn sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe ściemnienie po 5 min nie będzie większe niż ściemnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,2 mg  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ .

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem ( $Pb^{2+}$ )

5.3.5.1. **Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515 oraz kwas solny cz.d.a. (1,18).

5.3.5.2. **Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego siarczynu sodowego uwodnionego rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> gorącej wody, dodać 25 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> gorącej wody, dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody, 20 cm<sup>3</sup> użyć do oznaczania zawartości metali ciężkich, a pozostały roztwór zachować do oznaczania zawartości żelaza wg 5.3.6 i wapnia wg 5.3.7.

Badany roztwór zobojętnić amoniakiem wobec papierka lakmusowego i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515. Badany siarczyn sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie będzie po upływie 10 min intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości rozpuszczoną pozostałość po odparowaniu 6 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, te same ilości odczynników oraz 0,02 mg  $Pb^{2+}$ .

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

5.3.6.1. **Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.3.6.2. **Wykonanie oznaczania.** Pobrać 20 cm<sup>3</sup> roztworu (2 g) otrzymanego wg 5.3.5.2 i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

Badany siarczyn sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 30 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $Fe^{3+}$ ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $Fe^{3+}$ ,

oraz te same ilości odczynników dodawanych w tej samej kolejności.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości wapnia ( $Ca^{2+}$ )

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd cz.d.a., 0,02-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany w następujący sposób: 0,02 g mureksydu rozpuścić w 45 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego i dopełnić wodą do obj. 100.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 1n roztwór.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Ca^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10+990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $Ca^{2+}$ .

d) Kwas askorbinowy cz.d.a., 2-procentowy roztwór.

e) Cyjanek potasowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

5.3.7.2. **Wykonanie oznaczania.** Pobrać pipetą 1 cm<sup>3</sup> roztworu (0,1 g) otrzymanego wg 5.3.5.2, umieścić w probówce z bezbarwnego szkła pojemności 25 ÷ 35 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu askorbinowego, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu cyjanku potasowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu, wytrząsnąć i rozcieńczyć wodą do 10 cm<sup>3</sup>.

Badany siarczyn sodowy uwodniony 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 zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg  $Ca^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. — 0,01 mg  $Ca^{2+}$ .

Zabarwienie roztworów jest trwałe w ciągu 8 ÷ 10 min.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

#### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

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

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

5.3.8.2. **Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego siarczynu sodowego uwodnionego umieścić w parownicy porcelanowej, dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, następnie dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, odparować początkowo na łaźni wodnej, później na piaskowej do ukazania się dymów kwasu siarkowego. Pozostałość w parownicy, po ochłodzeniu, rozcieńczyć wodą i odparować ponownie do ukazania się dymów kwasu siarkowego. Pozostałość, po ochłodzeniu rozpuścić w wodzie i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511.

Wzorce graniczne powinny zawierać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,002 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,005 mg As.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości kwaśnego siarczynu sodowego ( $NaHSO_3$ )

#### 5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Nadtlenek wodoru cz.d.a., 30-procentowy roztwór.

b) Wodorotlenek sodowy, 0,1n roztwór.

c) Czerwień metylowa wsk. 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.9.2. **Wykonanie oznaczania.** Do 10 cm<sup>3</sup> wody dodać 1,5 cm<sup>3</sup> roztworu nadtlenu wodoru, kroplę roztworu czerwieni metylowej i kroplami dodawać roztwór wodorotlenku sodowego do otrzymania lekko żółtego zabarwienia. Następnie do roztworu wprowadzić 1 g badanego siarczynu so-

dowego uwodnionego, wymieszać i odstawić na 5 min.

Badany siarczyn sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pozostanie żółte zabarwienie roztworu.

Roztwór pozostawić do oznaczania zawartości węglanów 5.3.10.

**5.3.10. Oznaczanie zawartości węglanów ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).** Roztwór otrzymany wg 5.3.9.2 miarecz-

kować 0,1n roztworem kwasu solnego do czerwonego zabarwienia.

Badany siarczyn sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli ilość 0,1n roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania nie przekroczy 0,3 cm<sup>3</sup>.

**5.3.11. Inne metody.** Dopuszcza się ilościowe oznaczanie kationów metodą spektrograficzną.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-63/C-80094. Znowelizowano metody badań zawartości żelaza i wapnia.

Dotychczas obowiązująca PN-63/C-80094 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1975 r.

#### 3. Normy związane

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz 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