

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Nitroprusydek sodowy	6191-140
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest nitroprusydek sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Nitroprusydek sodowy ma:

- a) wzór chemiczny  $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  
b) masę cząsteczkową 297,96.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki nitroprusydku sodowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia nitroprusydku sodowego czystego do analizy:

NITROPRUSYDEK SODOWY cz.d.a. BN-75/6191-140

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Nitroprusydek sodowy ma postać ciemnoczerwonych kryształów rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość nitroprusydku sodowego $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ nie mniej niż	99,0	97,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,02
d) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,03
e) Żelazicyjanków $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ , %, nie więcej niż	0,02	0,02
f) Żelazocyjanków $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ , %, nie więcej niż	0,02	0,02

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Nitroprusydek sodowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

4.2. Opakowania. Słoiki ze szkła oranżowego zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

Masa netto: 25, 100, 250 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpieczono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań.

5. BADANIA5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości podstawowego składnika (3.2a),  
b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),  
c) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2c),  
d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),  
e) oznaczanie zawartości żelazicyjanków (3.2e),  
f) oznaczanie zawartości żelazocyjanków (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek - wg PN-70/C-80047.

Średnia próba laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 150 g.

5.3. Opis badań5.3.1. Oznaczanie zawartości nitroprusydku sodowego5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.  
b) Azotan srebra cz.d.a., 0,1n roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g badanego nitroprusydku sodowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i uzupełnić objętość roztworu do kreski. 10 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, dodać 40 cm<sup>3</sup> wody, 1 kroplę roztworu chromianu potasowego i miareczkować roztworem azotanu srebra.

Zawartość nitroprusydku sodowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,014898 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10} = \frac{14,898 \cdot V}{m}$$

Zgłoszona przez POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE  
dnia 18 czerwca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1976 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

w którym:

$V$  - objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra zużytego do miareczkowania,  
 $m$  - odważka badanego nitroprusydku sodowego, g.

0,014898 - ilość nitroprusydku sodowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego nitroprusydku sodowego rozpuścić na zimno w 200 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego cz.d.a. (1,12). Roztwór przesączyć przez sączek G4, uprzednio doprowadzony do stałej masy.

Pozostałość na sączku G4 przemyć wodą, następnie suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

$a$  - masa wysuszonej pozostałości, g,

$m$  - odważka badanego nitroprusydku sodowego, g.

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

#### 5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

b) Chlorek barowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

c) Alkohol etylowy.

d) Siarczan potasowy cz.d.a., roztwór: 0,02 g siarczanu potasowego rozpuścić w mieszaninie: 30 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego i 70 cm<sup>3</sup> wody.

e) Roztwór wzorcowy zawierający SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nitroprusydku sodowego dla cz.d.a. i 0,20 g dla cz. rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, dodać 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, otrzymany roztwór należy dodać do roztworu składającego się z 0,25 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu potasowego i 3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego.

Badany nitroprusydek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego dla cz.d.a. 0,50 g badanego odczynnika dla cz. 0,10 g, rozpuszczonego w 20 cm<sup>3</sup> wody i 0,25 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu potasowego, 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, 3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,025 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

dla odczynnika cz. 0,02 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>)

#### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Siarczan miedziowy wolny od chlorków, 10-procentowy roztwór: 10,00 g siarczanu miedziowe-

go uwodnionego cz.d.a. (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) rozpuścić w 70 cm<sup>3</sup> wody, dodać 20 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego cz.d.a. (1,15) 10 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra 0,1n i pozostawić na 12 godz.

Przezroczystą ciecz zdekantować znad osadu przez sączek wymyty uprzednio gorącą wodą. Klarowny przesącz używać do wykonania oznaczania.

b) Roztwór wzorcowy zawierający Cl<sup>-</sup> przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10+990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl<sup>-</sup>.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nitroprusydku sodowego rozpuścić w 35 cm<sup>3</sup> wody.

Do roztworu dodać 12,5 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu siarczanu miedziowego cz.d.a. wolnego od chlorków, uzupełnić objętość roztworu wodą do 50 cm<sup>3</sup> i przesączyć przez sączek z bibuły uprzednio przemyty gorącą wodą.

Następnie odmierzyć pipetą 15 cm<sup>3</sup> (0,3 g) przesączu i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposobem A.

Badany nitroprusydek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja powstała w roztworze badanym po 10 min nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 mg Cl<sup>-</sup>,

dla odczynnika cz - 0,09 mg Cl<sup>-</sup>.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości żelazicyjanków Fe(CN)<sub>6</sub><sup>3-</sup>

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Siarczan amonowo-żelazawy (sól Mohra) cz.d.a. 0,5-procentowy roztwór.

b) Roztwór buforowy o pH=4,62 przygotowany następująco: 2n roztworu octanu sodowego zmieszać z 2n roztworem kwasu octowego w stosunku 1:1.

c) Roztwór wzorcowy żelazicyjanków przygotowany następująco: 1,5539 g żelazicyjanku potasowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności dm<sup>3</sup> i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski. Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1+99. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe(CN)<sub>6</sub><sup>3-</sup>.

#### 5.3.5.2. Aparatura

a) Fotokolorometr SPECOL

b) Kuweta o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

5.3.5.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. W kolbach pomiarowych pojemności 25 cm<sup>3</sup> umieścić po 4 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego (pH=4,62) i odpowiednio: 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 mg Fe(CN)<sub>6</sub><sup>3-</sup>.

Do każdego roztworu dodać po 1 cm<sup>3</sup> siarczanu amonowo-żelazawego. Objętość roztworów dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Równocześnie przygotować roztwór kontrolny nie zawierający żelazicyjanków w następujący sposób: 4 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego (pH=4,62) i 1 cm<sup>3</sup> siarczanu amonowo-żelazawego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 25 cm<sup>3</sup>, dopełnić objętość wodą do kreski i wymieszać.

Po upływie 1 godz roztwory wzorcowe przenieść do kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm i zmierzyć absorbancję na fotokolorymetrze w odniesieniu do roztworu kontrolnego przy długości fali 720 nm.

Z otrzymanych danych sporządzić krzywą wzorcową, odcinając na osi odciętych ilości żelazicyjanków w mg/cm<sup>3</sup> zawarte w roztworze wzorcowym, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

Do wyznaczenia każdego punktu krzywej wzorcowej należy obliczyć wielkość absorbancji z trzech równoległych oznaczeń. Krzywa wzorcową powinna być linią prostą przechodzącą przez początek współrzędnych wykresów.

**5.3.5.4. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego nitroprusydku sodowego rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego o pH=4,62 i rozcieńczyć wodą do 200 cm<sup>3</sup>. Następnie pobrać 20 cm<sup>3</sup> tego roztworu i dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu amonowo-żelazawego.

Równocześnie przygotować roztwór kontrolny nie zawierający żelazicyjanków, do którego należy dodać 20 cm<sup>3</sup> badanego roztworu i 1 cm<sup>3</sup> wody.

Otrzymane roztwory umieścić w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm. Po upływie 1 godz zmierzyć absorbancję roztworu badanego w odniesieniu do roztworu kontrolnego przy długości fali 720 nm,

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, zawartość żelazicyjanków ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m \cdot 10}{m_1}$$

w którym:

$m$  - zawartość żelazicyjanków odczytana z krzywej wzorcowej mg/cm<sup>3</sup>,

$m_1$  - odważka badanego nitroprusydku sodowego, g.

#### 5.3.6. Sprawdzanie nieobecności żelazocyjanków $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory.** Chlorek żelazowy cz.d.a. roztwór rozpuszczony w stosunku 1:19.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego nitroprusydku sodowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody i dodać 0,3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku żelazowego i odstawić na 10 min.

Badany nitroprusydek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie wykazywało różnicy w porównaniu z zabarwieniem roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego 0,50 g nitroprusydku sodowego w 20 cm<sup>3</sup> wody.

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-60/C-80091

a) unowocześniono metody badań i dostosowano do zalecenia unifikacyjnego,

b) wprowadzono fotometryczne, ilościowe oznaczanie żelazicyjanków.

Dotychczas obowiązująca PN-60/C-80091 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

#### 3. Normy związane

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

PN-68/C-06500 Odczynniki. Przyrządzanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

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

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobieranie próbeki przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

**4. Zalecenie międzynarodowe.** Norma jest wdrożeniem zalecenia Normalizacyjnego RWPB PC 4296-73.