

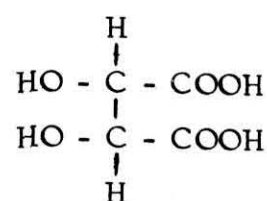
|                                    |                                  |                          |
|------------------------------------|----------------------------------|--------------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | N O R M A B R A N Ź O W A        | <b>BN-84</b>             |
|                                    | Odczynniki<br><b>Kwas winowy</b> | <b>6193-39</b>           |
|                                    |                                  | Zamiast<br>BN-73/6193-39 |
|                                    |                                  | Grupa katalogowa 1052    |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest kwas winowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas winowy ma:

- wzór sumaryczny  $C_4H_6O_6$
- wzór strukturalny



c) masę molową — 150,09 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 głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki kwasu winowego:

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

**2.2. Przykład oznaczenia kwasu winowego czystego do analizy**

KWAS WINOWY cz.d.a. BN-84/6193-39

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Kwas winowy powinien mieć postać bezbarwnych, bezwonnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu etylowym.

**3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.**

| Wymagania   | Gatunki |      |
|---|---------|------|
|   | cz.d.a. | cz.  |
| a) Zawartość kwasu winowego ( $C_4H_6O_6$ ), % (m/m), nie mniej niż | 99,5    | 99,0 |
| b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż  | 0,005   | 0,01 |

cd. tablicy

| Wymagania  | Gatunki |        |
|--|---------|--------|
|  | cz.d.a. | cz.    |
| c) Pozostałość po prażeniu (jako siarczany), % (m/m), nie więcej niż | 0,01    | 0,05   |
| d) Chlorków ( $Cl^-$ ), % (m/m), nie więcej niż                      | 0,0005  | 0,005  |
| e) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), % (m/m), nie więcej niż               | 0,005   | 0,02   |
| f) Fosforanów ( $PO_4^{3-}$ ), % (m/m), nie więcej niż               | 0,0005  | 0,005  |
| g) Metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż            | 0,0005  | 0,001  |
| h) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), % (m/m), nie więcej niż                     | 0,0005  | 0,002  |
| i) Wapnia ( $Ca^{2+}$ ), % (m/m), nie więcej niż                     | 0,002   | 0,005  |
| j) Arsenu (As), % (m/m), nie więcej niż                              | 0,0001  | 0,0001 |

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

### 4.1. Pakowanie

**4.1.1. Opakowania jednostkowe** stanowią słoiki szklane wykonane zgodnie z BN-84/6833-23, słoje typu POCH dla odczynników chemicznych z nakrętką z tworzywa sztucznego, polietylenową lub inną, chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa netto: 100, 250, 1000, 500, 2500, 5000 g.

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

**4.1.2. Opakowania transportowe** — bębny tekturowe<sup>1)</sup> z nakładem w postaci worków polietylenowych i beczki drewniane wg PN-76/O-79351.

Masa netto — 50 kg.

<sup>1)</sup> Według ZN-79/ZZG-III-177 Bębny transportowe zwijane z papieru. Ogólne wymagania i badania.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 28 lutego 1984 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1984 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1984 poz. 11)

**4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001.

Kwas winowy jest odczynnikiem bezpiecznym.

**4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych** należy wykonać zgodnie z PN-76/O-79252.

W przypadku konieczności stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniami się i deformacją.

**4.2. Przechowywanie.** Kwas winowy należy przechowywać w suchych magazynach. Nie dopuszcza się składowania na powietrzu.

**4.3. Transport kwasu winowego** może się odbywać dowolnymi krytymi środkami transportu, zgodnie z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej oraz Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości kwasu winowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany) (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (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 arsenu (3.2j).

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 600 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości kwasu winowego (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1%(m/m),
- Woda destylowana, świeżo przygotowana wg PN-81/C-06500.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór o  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Około 3,0000 g badanego kwasu winowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 ml i rozpuścić w 50 ml wody destylowanej, dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do powstania lekko różowego, nie zanikającego zabarwienia.

Zawartość kwasu winowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,03752 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużyta do miareczkowania, ml,

$m$  — odważka badanego kwasu winowego, g,  
0,03752 — ilość kwasu winowego odpowiadający 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego, ściśle o  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ , g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego kwasu winowego umieścić w zlewce pojemności 300 ml i rozpuścić w 150 l wody. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez godzinę 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 nr 4. Pozostałość na tyglu przemyć 100 ml gorącej wody i wysuszyć w temperaturze  $105 \div 110^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie obliczyć w procentach ( $X_2$ ) wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym  $a$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

**5.3.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany).** 10,00 g badanego kwasu winowego umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym, dodać 0,5 ml kwasu siarkowego cz.d.a. o  $d = 1,84 \text{ g/ml}$  i ogrzewać początkowo na małym płomieniu, następnie spalić i wyprażyć do stałej masy w piecu elektrycznym.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:  
dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,  
dla odczynnika cz. — 5 mg.

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

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

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego kwasu winowego rozpuścić w 10 ml wody, roztwór zbojętnić amoniakiem, dodać 4 ml kwasu azotowego, rozcieńczyć wodą do objętości 20 ml, oziębic do temperatury  $10^\circ\text{C}$  i w razie potrzeby przesączyć przez sączone przemyty uprzednio gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl<sup>-</sup> (próba z azotanem srebra). Wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl<sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl<sup>-</sup>.

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

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1. oraz:

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25%(m/m).
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 3%(m/m).
- Węglan sodowy cz.d.a., roztwór 1%(m/m).

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego kwasu winowego odparować do sucha w tyglu platynowym z 1 ml roztworu węglanu sodowego na wrzącej łaźni



wodnej, a następnie ostrożnie wyprażyć w piecu elektrycznym. Wyprażoną pozostałość rozpuścić w 15 ml wody i przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 100 ml z uprzednio zaznaczoną kreską na poziomie 46 ml, dodać 0,25 ml roztworu nadtlenu wodoru, ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu kilku minut.

Następnie roztwór oziębnić i zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego.

Objętość roztworu dopełnić wodą do kreski i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

dla odczynnika cz. — 0,2 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

### 5.3.6. Oznaczenie zawartości fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

#### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy, roztwór o  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5 \text{ mol/l}$ .

b) Odczynnik do oznaczania fosforanów (roztwór 1 i 2) sporządzony wg PN-81/C-06500 p. 2.2.43.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{PO}_4^{3-}$  przygotowany wg PN-81/C-06500, rozcieńczony w stosunku 1:100. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 2 g badanego kwasu winowego rozpuścić w 20 ml wody, dodać 3 ml kwasu siarkowego, a następnie 1 ml roztworu 1 i 1 ml roztworu 2.

Mieszanie ogrzewać przez 10 min na łaźni wodnej, w temperaturze 60°C.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe niebieskie zabarwienie nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równolegle i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{PO}_4^{3-}$

dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{PO}_4^{3-}$

### 5.3.7. Oznaczenie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )

**5.3.7.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-80/C-04515 p. 2.3.2.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 2 g badanego kwasu winowego umieścić w zlewce pojemności 100 ml i rozpuścić w 20 ml wody.

Dalej wykonać oznaczenie wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

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

### 5.3.8. Oznaczenie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

**5.3.8.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-81/C-04521.03 p. 4.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego kwasu winowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml (z uprzednio zaznaczoną kreską na poziomie 50 ml), rozpuścić w 20 ml wody, dodać 3 ml roztworu kwasu solnego i dalej wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04521.03 p. 8.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,

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

### 5.3.9. Oznaczenie zawartości wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ )

#### 5.3.9.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa wapniowa z katodą wnątkową.

#### 5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. o  $d = 1,11 \text{ g/ml}$ .

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Ca}^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-04953 i rozcieńczony wodą w stosunku 10:90. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Ca}^{2+}$ .

**5.3.9.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczenie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Wapń należy oznaczać przy długości fali 422,7 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji wapnia dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A są następujące:

przepływ powietrza — 5,0 l/min,

przepływ acetylenu — 1,5 l/min,

szerokość szczeliny — 0,08 mm,

wysokość strefy pomiarowej — 5 mm,

natężenie prądu lampy — 8 mA.

**5.3.9.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić po 0,3 ml kwasu siarkowego, a następnie kolejno: 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 i 6,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie wapnia w poszczególnych kolbach powinno wynosić  $5 \cdot 10^{-7}$ ,  $1 \cdot 10^{-6}$ ,  $2 \cdot 10^{-6}$ ,  $4 \cdot 10^{-6}$  i  $6 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$ . Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

**5.3.9.5. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 50 ml odważyć 5,00 g badanego kwasu winowego, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję wapnia w sporządzonym roztworze w warunkach podanych w 5.3.9.3.

Zawartość wapnia ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{C \cdot V_1 \cdot 100}{m_1} \quad (3)$$

w którym:

$C$  — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

$m_1$  — odważka badanego kwasu winowego, g.

### 5.3.10. Oznaczenie zawartości arsenu (As)

**5.3.10.1. Odczynniki, roztwory i aparatura** — wg PN-81/C-04511 i p. 2.3.2 i 2.3.3.

**5.3.10.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego kwasu winowego zmineralizować zgodnie z PN-81/C-04511 p. 2.2.1.3 i dalej wykonać oznaczenie wg p. 2.3.6.

Badany kwas winowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego, uzyskane z badanego roztworu, nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego uzyskanego z roztworu porównawczego, przygotowanego równoległe, w tych samych warunkach i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 0,005 mg As.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6193-39.** Zmieniono metody oznaczania zawartości fosforanów i wapnia.

#### 3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

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

PN-81/C-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

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

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 drewniane 800 × 1200 — EUR

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

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

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

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP (Dz. TiZK z 1968 r. nr 4 poz. 10)

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123)

#### 4. Symbol wg SWW

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.

#### 5. Autorzy projektu normy

— mgr inż. Barbara Płatun i mgr inż. H. Czepelak — PPH Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.