

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-74
	Odczynniki Kwas mrówkowy 100% i 85%		6193-55
			Zamiast BN-64/6191-13 i BN-66/6191-64
			Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas mrówkowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas mrówkowy ma:

- a) wzór chemiczny HCOOH,
- b) masa cząsteczkowa 46,03 (1961 r.).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się cztery gatunki kwasu mrówkowego, oznaczone:

- 100% cz.d.a. — 100% czysty do analizy,
- 85% ch.cz. — 85% chemicznie czysty,
- 85% cz.d.a. — 85% czysty do analizy,
- 85% cz. — 85% czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu mrówkowego 100% czystego do analizy:

KWAS MRÓWKOWY 100% cz.d.a. BN-74/6193-55

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas mrówkowy powinien być cieczą bezbarwną, przezroczystą, o ostrym charakterystycznym zapachu, mieszającą się z wodą, alkoholem i eterem.

Kwas mrówkowy działa silnie drażniąco na naskórek i ma własności redukujące.

Gęstość dla kwasu 98÷100% (1,218÷1,221).

Gęstość dla kwasu 84÷87% (1,19÷1,20).

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki			
	100% cz.d.a.	85% ch.cz.	85% cz.d.a.	85% cz.
a) Kwasu mrówkowego (HCOOH), %, w granicach	98÷100	84÷86	84÷86	84÷87
b) Substancji strącalnych wodą	wg 5.2.2	wg 5.2.2	wg 5.2.2	wg 5.2.2
c) Substancji nielotnych, %, nie więcej niż	0,002	0,002	0,002	0,005
d) Kwasu octowego (CH ₃ COOH), %, nie więcej niż	0,05	0,05	0,05	0,1
e) Kwasu szczawiowego (H ₂ C ₂ O ₄ ²⁻)	wg 5.2.5	wg 5.2.5	wg 5.2.5	wg 5.2.5
f) Chlorków (Cl ⁻), %, nie więcej niż	0,001	0,0005	0,001	0,002
g) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %, nie więcej niż	0,005	0,001	0,005	0,01
h) Siarczynów (SO ₃ ²⁻), %, nie więcej niż	0,0015	0,0015	0,0015	0,003
i) Metali ciężkich (Pb ²⁺), %, nie więcej niż	0,0005	0,0002	0,0005	0,001
j) Żelaza (Fe ³⁺), %, nie więcej niż	0,0005	0,0001	0,0005	0,001

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne”
dnia 10 października 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
i obrotu od dnia 1 lipca 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwas mrówkowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001, rodzaj opakowania: butelki szklane z nakrętką i korkiem polietylenowym lub butelki szklane z doszlifowanym korkiem. Masa netto: 250, 500, 1000 i 2500 cm³.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobrać i przygotować średnią próbkę laboratoryjną w ilości co najmniej 900 cm³ (1100 g) zgodnie z PN-70/C-80047.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu mrówkowego (HCOOH)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Ampułkę pojemności 1÷2 cm³ z cienkościennego szkła odważyć z dokładnością do 0,0002 g. Część cylindryczną ampułki lekko ogrzać na płomieniu palnika i cienki otwarty koniec kapilary zanurzyć do badanego kwasu mrówkowego, na skutek czego ampłka napełni się. Następnie koniec kapilary zatopić i po ochłodzeniu zważyć ampułkę z dokładnością do 0,0002 g. Zważoną ampułkę umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 50 cm³ wody i rozbić ampułkę szklanym pręcikiem lub przez wstrząsanie kolbą. Do roztworu dodać 2÷3 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do trwałego różowego zabarwienia.

Zamiast ampułki można stosować pipetę wagową, w takim przypadku należy odważyć 1,5000 g badanego kwasu mrówkowego, rozpuścić w kolbie stożkowej w 50 cm³ wody, dodać 2÷3 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego.

Zawartość kwasu mrówkowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,04603 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 4,603}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

- 0,04603 — ilość kwasu mrówkowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,
m — odważka badanego kwasu mrówkowego, g.

5.2.2. Oznaczanie substancji strącalnych wodą

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl⁻, przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10÷990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl⁻.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 25 cm³ badanego kwasu mrówkowego umieścić w cylindrze pomiarowym z doszlifowanym korkiem, uzupełnić wodą do objętości 100 cm³ i dobrze wymieszać.

Badany kwas mrówkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór obserwowany po 1 godz dla gatunku 100% cz.d.a., 85% ch.cz. i cz.d.a. nie będzie wykazywał żadnej zmiany (opalizacji), a dla gatunku 85% cz. będzie wykazywał najwyżej opalizację odpowiadającą opalizacji roztworu porównawczego zawierającego w 100 cm³ i 1 cm³ kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu azotanu srebra oraz 0,05 mg Cl⁻.

Roztwór porównawczy należy przyrządzać na 5 min przed przeprowadzeniem porównania.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nietlotnych. 84 cm³ (100 g) badanego kwasu mrówkowego umieścić w parownicy kwarcowej lub szklanej, odważonych uprzednio z dokładnością do 0,0002 g, i odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Parownicę z pozostałością wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Badany kwas mrówkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika 100% cz.d.a., 85% ch.cz. i 85% cz.d.a. — 2 mg,

dla odczynnika 85% cz. — 5 mg.

Pozostałość w parownicy zachować do oznaczeń wg 5.2.9 i 5.2.10.

5.2.4. Oznaczanie zawartości kwasu octowego (CH₃COOH)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Tlenek rtęciowy żółty cz.d.a.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 0,01n.
- Fenoloftaleina, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,85 cm³ (1,00 g) badanego kwasu mrówkowego, odmierzonego pipetą pomiarową, umieścić w zlewce pojemności 100 cm³ i rozcieńczyć 20 cm³ wody.

Do roztworu dodać 3 g żółtego tlenku rtęciowego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej do zakończenia reakcji przebiegającej z wydzielaniem dwutlenku węgla, po czym dodać powtórnie 3 g żółtego tlenku rtęciowego i ogrzewać w dalszym ciągu do zupełnego zakończenia reakcji. Po oziębieniu rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm³ i przesączyć. Do 10 cm³ przesącza dodać 1 kroplę roztworu fenoltaleiny i miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku potasowego do różowego zabarwienia.

Zawartość kwasu octowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00060 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,060}{m} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwasu mrówkowego, g,

0,00060 — ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,01n roztworu wodorotlenku potasowego, g.

5.2.5. Oznaczanie zawartości kwasu szczawiowego (H₂C₂O₄²⁻)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- Chlorek wapniowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Błękit bromotymolowy wsk., roztwór wodny 0,1-procentowy przygotowany wg PN-68/C-06501.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,0 cm³ badanego kwasu mrówkowego dla odczynnika 85% ch.cz. lub 1,0 cm³ dla odczynnika 100% i 85% cz.d.a. i 85% cz. umieścić w kolbie stożkowej, pojemności 100 cm³.

Rozcieńczyć wodą do objętości 5 cm³, dodać 0,05 cm³ roztworu błękitu bromotymolowego i zobojętnić roztworem amoniaku do niebieskiego zabarwienia roztworu.

Następnie dodać 10 cm³ roztworu chlorku amonowego i 2 cm³ roztworu chlorku wapniowego. Roztwór ogrzać do wrzenia, jeżeli niebieskie zabarwienie roztworu zniknie, wówczas roztwór należy zobojętnić powtórnie do niebieskiego zabarwienia. Następnie roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 25 cm³ i pozostawić na 30 min. Po 30 min porównać roztwór badany z roztworem porównawczym, zawierającym w tej samej objętości 1 kroplę roz-

tworu błękitu bromotymolowego, 1÷2 kropli roztworu amoniaku — do niebieskiego zabarwienia roztworu oraz te same ilości roztworu chlorku amonowego i chlorku wapniowego.

Badany kwas mrówkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór badany będzie przezroczysty w porównaniu z roztworem porównawczym, przygotowanym równocześnie.

Roztwory należy porównywać w probówkach z bezbarwnego szkła, o średnicy 1,5 cm, patrząc wzdłuż osi probówek i umieszczonych na czarnym tle.

5.2.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻). 1,7 cm³ (2,0 g) badanego kwasu mrówkowego, odmierzonego pipetą pomiarową, rozcieńczyć 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 Sposób A. Do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika 100% cz.d.a.	— 0,02 mg Cl ⁻ ,
dla odczynnika 85% ch.cz.	— 0,01 mg Cl ⁻ ,
dla odczynnika 85% cz.d.a.	— 0,02 mg Cl ⁻ ,
dla odczynnika 85% cz.	— 0,04 mg Cl ⁻ .

5.2.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 oraz

- Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.
- Kwas solny cz.d.a. (1,12).

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do 1,7 cm³ (2,0 g) odczynnika 100% cz.d.a., 8,4 cm³ (10,0 g) odczynnika 85% ch.cz., 1,7 g (2,0 g) odczynnika 85% cz.d.a. i 0,8 cm³ (1,0 g) odczynnika 85% cz. dodać 0,2 g węglanu sodowego i odparować do sucha na elektrycznej płytce.

Pozostałość rozpuścić w 10 cm³ wody i 0,5 cm³ kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i po oziębieniu rozcieńczyć wodą do objętości 46 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3. Sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika 100% cz.d.a.	— 0,10 mg SO ₄ ²⁻ ,
dla odczynnika 85% ch.cz.	— 0,10 mg SO ₄ ²⁻ ,
dla odczynnika 85% cz.d.a.	— 0,10 mg SO ₄ ²⁻ ,
dla odczynnika 85% cz.	— 0,10 mg SO ₄ ²⁻ .

5.2.8. Oznaczanie zawartości siarczynów (SO₃²⁻). 21,0 cm³ (25,0 g) badanego kwasu mrówkowego, odmierzonego pipetą pomiarową, rozcieńczyć 25 cm³ wody i dodać:

dla odczynnika 100% cz.d.a., 85% ch.cz. i 85% cz.d.a — 0,95 cm³ 0,01n roztworu jodu cz.d.a.,

dla odczynnika 85% cz. — 1,9 cm³ 0,01n roztworu jodu cz.d.a.

Badany kwas mrówkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli badany roztwór ma wyraźnie żółte zabarwienie.

1 cm³ 0,01n roztworu jodu odpowiada 0,00040 g SO₃²⁻.

5.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 oraz

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- b) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Pozostałość w parownicy z oznaczania wg 5.2.3 rozpuścić w 2 cm³ kwasu azotowego i odparować do sucha. Osad zwilżyć 1 cm³ kwasu solnego, rozpuścić w 40 cm³ wody, uzupełnić do objętości 50 cm³, pobrać 2,5 cm³ roztworu (5,0 g) zubożyć roztworem amoniaku (około 1 cm³) rozcieńczyć do objętości 20 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika 85% cz.d.a., dla odczynnika 100% cz.d.a. — 0,025 mg Pb²⁺,

dla odczynnika 85% ch.cz. — 0,01 mg Pb²⁺,
dla odczynnika 85% cz. — 0,05 mg Pb²⁺.

Pozostałą ilość przesączu zachować do oznaczania wg 5.2.10.

5.2.10. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 2,5 cm³ (5,0 g) roztworu z oznaczania wg 5.2.9 dla odczynnika 85% ch.cz., 100% i 85% cz.d.a. lub 1,0 cm³ (2,0 g) dla odczynnika 85% cz. rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.

Zawartość żelaza nie powinna przekraczać:

dla odczynnika 100% cz.d.a. — 0,025 mg Fe³⁺,
dla odczynnika 85% ch.cz. — 0,005 mg Fe³⁺,
dla odczynnika 85% cz.d.a. — 0,025 mg Fe³⁺,
dla odczynnika 85% cz. — 0,02 mg Fe³⁺.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-13 i BN-66/9191-64

- a) wprowadzono gat. 85% ch.cz.,
- b) zastrzono wymagania na zawartość kwasu mrówkowego dla odcz. 85% cz.,
- c) wydzielono z normy gatunek 90% cz.,
- d) zmieniono metody oznaczania: szczawianów i żelaza.

2. Normy związane

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

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

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-

wartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników roztworów buforowych

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

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

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

3. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3247-71 Реактивы. Кислота муравьиная