

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Kwas mlekowy	6193-67
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas mlekowy stosowany jako odczynnik chemiczny, będący mieszaniną optycznie nieczynnego kwasu mlekowego, bezwodnika kwasu mlekowego i wody. Kwas mlekowy ma:

- a) wzór ogólny -  $C_3H_6O_3$   
 b) wzór budowy - 
$$\begin{array}{c} \text{OH} \quad \text{O} \\ | \quad || \\ \text{H}_3\text{C} - \text{CH} - \text{C} - \text{OH} \end{array}$$
  
 c) masa cząsteczkowa - 90,08

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kwasu mlekowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu mlekowego czystego do analizy:

KWAS MLEKOWY cz.d.a. BN-75/6193-67

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas mlekowy powinien mieć postać syropowatej, bezbarwnej lub jasnożółtej cieczy o kwaśnym odczynie. Powinien być higroskopijny, mieszać się z wodą, alkoholem etylowym i eterem.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu mlekowego i bezwodnika kwasu mlekowego (w przeliczeniu na kwas mlekowy), %	92 + 88	co najmniej 80
b) Pozostałość po prażeniu (w postaci siarczanów), %, najwyżej	0,02	0,04
c) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, najwyżej	0,0005	0,001

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
d) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, najwyżej	0,005	0,01
e) Metali ciężkich strącanych siarkowodorem ( $Pb^{2+}$ ), %, najwyżej	0,0005	0,001
f) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, najwyżej	0,0005	0,001
g) Arsenu (As), %, najwyżej	0,00002	0,00005
h) Cukrów redukujących	powinien odpowiadać badaniom wg 4.2.9.	
i) Substancji łatwo zwęglających się	powinien odpowiadać badaniom wg 4.2.10	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Kwas mlekowy należy pakować, przechowywać i transportować wg PN-70/C-80001,

Rodzaje opakowania:

- butelki ze szkła oranżowego z doszlifowanym korkiem,
- balony szklane z korkiem zabezpieczonym folią w koszach wiklinowych.

Masa opakowań netto: 250 i 500 g oraz 50 kg. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i wymiary jego są zgodne z szeregiem wymiarowym opakowań wg PN-64/0-79021.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 300 g.

5.2. Rodzaje badań5.2.1. Sprawdzanie tożsamości

- a) 2 cm<sup>3</sup> badanego odczynnika ogrzać z 4 cm<sup>3</sup> 0,5-

Zgłoszona przez Centralny Związek Spółdzielczości Pracy  
 Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
 dnia 5 maja 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1976 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

-procentowego roztworu nadmanganianu potasowego; wydziela się zapach aldehydu octowego,

b) do 1 cm<sup>3</sup> badanego odczynnika dodać 10 cm<sup>3</sup> wody, 1 g tlenku cynkowego, zagotować i przesączyć na gorąco; po ochłodzeniu wydzielają się białe kryształy mleczanu cynkowego.

### 5.2.2. Oznaczanie zawartości kwasu mlekowego i bezwodnika kwasu mlekowego (w przeliczeniu na kwas mlekowy)

#### 5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a. 0,5n roztwór.
- Kwas solny cz.d.a. 0,5n.
- Fenoloftaleina cz. roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,5 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w kolbie w 50 cm<sup>3</sup> wody, dodać 50,0 cm<sup>3</sup> 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, zagotować i utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia w ciągu 5 min. Po ostygnięciu dodać 3 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,5 normalnym kwasem solnym do odbarwienia. Zawartość kwasu mlekowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,04504}{m} \cdot 100$$

w którym:

- $V_1$  - objętość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, cm<sup>3</sup>,  
 $V_2$  - objętość ściśle 0,5n kwasu solnego zużyta do odmiareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 $m$  - masa badanego kwasu mlekowego, g,  
 0,04504 - ilość kwasu mlekowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów. 10 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w uprzednio wyprażonej do stałej masy parownicze kwarcowej, dodać 5 kropli kwasu siarkowego cz.d.a. (1,83), ogrzewać do całkowitego odparowania i do odpędzenia dymów kwasu siarkowego. Pozostałość wyprażyć w piecu mufowym w temperaturze 600°C do stałej masy. Badany kwas mlekowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. - 2 mg,
- dla odczynnika cz. - 4 mg.

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

#### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. 25-procentowy.
- Azotan srebra cz.d.a. 0,1n roztwór.
- Roztwór wzorcowy, zawierający Cl<sup>-</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 5+995. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,005 mg chlorków (Cl<sup>-</sup>).

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4. Badany kwas mlekowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 5 min nie jest intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników oraz

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Cl<sup>-</sup>,
- dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl<sup>-</sup>.

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

#### 5.2.5.1. Odczynniki i roztwory:

- Kwas solny 25-procentowy.
- Chlorek barowy 20-procentowy roztwór.
- Roztwór wzorcowy, zawierający SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 5+95. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3. Badany kwas mlekowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 15 min nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników oraz

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,25 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,
- dla odczynnika cz. - 0,5 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 5.2.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich, strącanych siarkowodorem (Pb<sup>2+</sup>)

#### 5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Octan amonowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.
- Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- Woda siarkowodorowa wg PN-68/C-06500.
- Roztwór wzorcowy zawierający Pb<sup>2+</sup> przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 5 + 995. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,005 mg Pb<sup>2+</sup>.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1. Badany kwas mlekowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości taką samą ilość odczynników oraz

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Pb<sup>2+</sup>,
- dla odczynnika cz. - 0,01 mg Pb<sup>2+</sup>.



5.2.7. Oznaczanie zawartości żelaza5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,15).  
 b) Rodanek amonowy, 16-procentowy roztwór.  
 c) Roztwór wzorcowy, zawierający  $\text{Fe}^{3+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 5 + 995. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,005 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25  $\text{cm}^3$  wody. Do roztworu dodać 4  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego, wymieszać, dodać 10  $\text{cm}^3$  rodanku amonowego i ponownie wymieszać. Badany kwas mlekowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości 4  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego, 10  $\text{cm}^3$  rodanku amonowego oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,
- dla odczynnika cz. - 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

5.2.8. Oznaczanie zawartości arsenu (As)5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a. 25-procentowy roztwór wodny.  
 b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83) rozcieńczony 1 + 1.  
 c) Fenoloftaleina cz. 1-procentowy roztwór alkoholowy.  
 d) Roztwór wzorcowy zawierający arsen (As) przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1 + 99. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,001 mg As.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego kwasu mlekowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, zobojętnić roztworem amoniaku wobec fenoloftaleiny, dodać 50  $\text{cm}^3$  kwasu siarkowego i dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04511. Kwas mlekowy

odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego uzyskanego z badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie papierka bromortęciowego uzyskanego z roztworu wzorcowego w tych samych warunkach, a zawierającego te same ilości odczynników oraz

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,002 mg As,
- dla odczynnika cz. - 0,005 mg As.

5.2.9. Sprawdzanie nieobecności cukrów redukujących5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodrotlenek sodowy cz.d.a. 20-procentowy roztwór.  
 b) Roztwór Fehlinga przygotowany w następujący sposób: 34,6 g siarczanu miedziowego cz. rozpuścić w 200  $\text{cm}^3$  wody w kolbie pomiarowej pojemności 500  $\text{cm}^3$ , dodać 0,5  $\text{cm}^3$  kwasu siarkowego cz.d.a. (1,83) i uzupełnić objętość roztworu wodą do 500  $\text{cm}^3$  (roztwór I); 176 g winianu sodowo-potasowego cz. rozpuścić w 200  $\text{cm}^3$  wody w kolbie pomiarowej pojemności 500  $\text{cm}^3$  dodać ostrożnie porcjami 77 g wodorotlenku sodowego cz.d.a., a po oziębieniu uzupełnić objętość roztworu wodą do 500  $\text{cm}^3$  (roztwór II). Do oznaczania zmieszać po 2,5  $\text{cm}^3$  roztworu I i II.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego kwasu mlekowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10  $\text{cm}^3$  wody, dodać 3  $\text{cm}^3$  roztworu wodorotlenku sodowego, 5  $\text{cm}^3$  roztworu Fehlinga i ogrzewać w ciągu 5 min na łaźni wodnej. Badany kwas mlekowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w roztworze nie powstaną czerwony osad.

5.2.10. Oznaczanie substancji łatwo zwęglających się. Do 1  $\text{cm}^3$  badanego odczynnika dodać ostrożnie po ścianie próbówki 1  $\text{cm}^3$  kwasu siarkowego, oziębiając próbówkę bieżącą wodą. Po 15 min zabarwienie mieszaniny nie powinno być intensywniejsze niż wzorzec nr 3 wg FP IV tom I str 68.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Spółdzielnia Pracy Chemików, GDAŃSK.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-55/C-80546. Zaostrożono wymagania na zawartość chlorków, siarczanów i żelaza w gatunku cz.d.a. i cz.

Dotychczas obowiązująca PN-55/C-80546 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

3. Normy związane

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczania małych wartości arsenu

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

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

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

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

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

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

FP IV tom I Określanie zabarwienia roztworów

4. Autor projektu normy - inż. Barbara Spichalska - Spółdzielnia Pracy Chemików.