

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Steol M	6026-49
		Grupa katalogowa X 21 <sup>1)</sup>

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest płyn steol M służący do napełniania urządzeń hydraulicznych. Steol M jest mieszaniną gliceryny, alkoholu etylowego, wody i dodatków antykorozyjnych.

### 1.2. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

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/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN-64/N-01255 Barwy i znaki bezpieczeństwa

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

T. Plebański, B. Ogonowska: Wzorcowe tablice alkoholometryczne w temperaturze odniesienia 20°C.

WNT. Warszawa 1967 r.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** Zależnie od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki Steolu M oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

**2.2. Przykład oznaczenia Steolu M gatunku I:**

STEOL M I BN-71/6026-49  
SWW 1289-99

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1289-99.

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania fizyczne i chemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Własności	Wymagania	
	gatunek I	gatunek II
a) Kolor	od żółtego do zielonego	
b) Przezroczystość	przezroczysty	przezroczysty lub opalizujący
c) Zawartość mechanicznych zanieczyszczeń i osadu	nie zawiera	
d) Gęstość w temperaturze 20°C	1,085 ÷ 1,105	
e) Zawartość gliceryny, %	45,0 ÷ 48,0	
f) Zawartość alkoholu etylowego, % wag.	18,7 ÷ 20,0	
g) Zawartość popiołu, %, nie więcej niż	1,8	
h) Zawartość K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> , %	1,5 ÷ 1,7	
i) Zawartość NaOH, %	0,09 ÷ 0,13	
j) Zawartość chlorków (Cl <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż	0,002	0,03
k) Zawartość żelaza (Fe <sup>3+</sup> ), %, nie więcej niż	0,01	nie określa się

**3.2. Trwałość.** Steol M opakowany wg 4.2 i przechowywany wg 4.3 powinien zachować własności wymienione w 3.1 przez okres 24 miesięcy od daty produkcji.

Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej „Pollena”  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej „Pollena”  
dnia 20 października 1971 r.

jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1972 r. (Mon. Pol. nr 12/1972 poz. 86)

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Steol M należy pakować w szklane balony pojemności 50 dm<sup>3</sup>, napełniając je 50 kg masy netto. Balony powinny być zamknięte polietylenowymi zakrywkami nakręcanymi i umieszczane w wiklinowych koszach z kapturami wyściełanych wełną drzewną. Dopuszcza się zamykanie balonów przy pomocy korków naturalnych z podkładką z celofanu. Każde opakowanie powinno być szczelnie zamknięte i zabezpieczone plombą odbiorcy.

Balony powinny być oznakowane zgodnie z PN-67/O-79252.

Każdy balon należy zaopatrzyć w wywieszkę z napisem zawierającym co najmniej:

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie produktu wg 2.2,
- nr partii, datę produkcji i nr opakowania,
- nr szarży,
- masę brutto, netto i tarę,
- znak KJ,
- termin ważności.

Połączenie wywieszki z opakowaniem należy zabezpieczyć plombą. Ponadto na każdym balonie należy umieścić napis: „Steol M gat. .... BN-71/6026-49” oraz „trucizna” i znak ostrzegawczy wg PN-64/N-01255 wzór 7 (ostrzeżenie przed substancjami toksycznymi). Napis i znak ostrzegawczy należy wykonać farbą olejną bezpośrednio na balonie przy pomocy szablonów.

**4.2. Przechowywanie.** Steol M opakowany wg 4.1 należy przechowywać w miejscach zabezpieczonych przed bezpośrednim działaniem promieni słonecznych w temperaturze nie większej niż 30°C i wilgotności względnej nie większej niż 70%.

**4.3. Transport.** Steol M opakowany wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi. Kosze z balonami ustawić na warstwie piasku o grubości co najmniej 5 cm; przestrzeń między koszami wypełnić piaskiem do poziomu 20 cm od dolnej krawędzi kosza. Kosze należy połączyć ze sobą drutem i przytwierdzić do ścian pojazdu.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie koloru (3.1 a),
- sprawdzanie przezroczystości (3.1 b),
- sprawdzanie zawartości mechanicznych zanieczyszczeń i osadu (3.1 c),
- oznaczanie gęstości (3.1 d),
- oznaczanie zawartości gliceryny (3.1 e),
- oznaczanie zawartości alkoholu etylowego (3.1 f),

- oznaczanie zawartości popiołu (3.1 g),
- oznaczanie zawartości chromianu potasowego (3.1 h),
- oznaczanie zawartości wodorotlenku sodowego (3.1 i),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.1 j),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.1 k).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne PN-67/C-04500. Za partię uważa się ilość Steolu M nie większą niż 7 000 kg pochodzącą z jednej szarży produkcyjnej, opakowaną zgodnie z 4.1. Próbkę pierwotną należy pobierać z balonów z możliwie różnych miejsc przy pomocy zgłębnika 1 wg PN/C-60008. Balony ze Steolem M do pobrania próbek należy pobierać losowo w zależności od liczby opakowań w partii wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 140	14

Próbki pierwotne należy zlać do jednego naczynia i dokładnie wymieszać. Tak utworzona próbka ogólna powinna wynosić co najmniej 2 kg. Z próbki ogólnej wyodrębnić średnią próbkę laboratoryjną o masie 1 kg i umieścić ją w 2 butelkach pojemności 500 cm<sup>3</sup>, z których jedną przeznaczyć do analiz bieżących, drugą pozostawić w archiwum na okres jednego roku do wykonania analiz w przypadkach spornych.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Sprawdzanie koloru, przezroczystości, zawartości zanieczyszczeń mechanicznych i osadu.** Probówkę o średnicy 15 mm i wysokości 150 mm z bezbarwnego szkła napełnić do połowy badanym płynem. Zawartość próbki obserwować nieuzbrojonym okiem w przechodzącym świetle naturalnym. Ciecz powinna mieć kolor od żółtego do zielonego, nie może zawierać zanieczyszczeń mechanicznych i osadu, a ponadto powinna być przezroczysta i klarowna. Dla gatunku II dopuszcza się lekkie zmętnienie (opalescencję).

### 5.3.2. Oznaczanie gęstości

#### 5.3.2.1. Przyrządy

- Piknometr pojemności 25 cm<sup>3</sup> z korkiem kapilarnym.

- b) Termostat z wodą o temperaturze  $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$ .  
 c) Łaźnia z wodą i lodem.

**5.3.2.2. Przygotowanie piknomtru do oznaczania.** Czysty i suchy piknometr zważyć z dokładnością do 0,0002 g, napełnić go świeżo przegotowaną i ostudzoną do około  $18^\circ\text{C}$  wodą redestylowaną tak, aby nie spowodować powstania pęcherzyków powietrza. Otwarty piknometr wstawić do termostatu o temperaturze  $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$  na 30 min. Po tym czasie piknometr zamknąć korkiem i usunąć nadmiar wody, która wydostaje się na zewnątrz przez kapilarę. Piknometr przestawić do kąpieli z wodą i lodem na  $1 \div 2$  min, a po oziębieniu szybko osuszyć i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Stałą piknomtru ( $m$ ) obliczyć w gramach wg wzoru

$$m = m_2 - m_1$$

w którym:

$m_2$  — masa piknomtru z wodą, g,

$m_1$  — masa próżnego piknomtru, g.

Stałą piknomtru należy sprawdzać co najmniej raz w roku.

**5.3.2.3. Wykonanie oznaczania.** Badaną ciecz chłodzić w zamkniętym naczyniu do temperatury około  $18^\circ\text{C}$  i napełnić czysty i suchy piknometr o znanej stałej  $m$ . Otwarty piknometr wstawić do termostatu o temperaturze  $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$  na 30 min i postępować dalej wg 5.2.2.2.

Gęstość Steolu M ( $d_4^{20}$ ) obliczyć w  $\text{g}/\text{cm}^3$  wg wzoru

$$d_4^{20} = \frac{m_3 - m_1}{1,00177 m}$$

w którym:

$m_3$  — masa piknomtru z badaną cieczą, g,

$m_1$  — masa próżnego piknomtru, g,

$m$  — stała piknomtru,

1,00177 — objętość właściwa wody w temperaturze  $20^\circ\text{C}$ ,  $\text{cm}^3$ .

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości gliceryny

#### 5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Zasadowy octan ołowiu cz.d.a., roztwór: 1  $\text{cm}^3$  roztworu 10-procentowego octanu ołowiu gotować przez 1 godz z dodatkiem 100 g tlenku ołowiu. Ochłodzić do temperatury pokojowej i przefiltrować. Przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu.

b) Siarczan sodowy cz., roztwór 10-procentowy.

c) Nadjodan sodowy cz.d.a., roztwór: 60 g metanadjodanu sodowego  $\text{NaJO}_4$  rozpuścić w wodzie destylowanej i zakwasić dodatkiem około 120  $\text{cm}^3$  0,1n kwasu siarkowego do pH  $3 \div 4$ . Roztwór przesączyć przez lejek z porowatym dnem G4 do kolby pomiarowej pojemności 1000  $\text{cm}^3$  i dopełnić

do kreski wodą destylowaną. Przechowywać w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem.

d) Kwas siarkowy cz., roztwór 0,1n.

e) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 0,1n nie zawierający węglanów. Sporządzić około 50-procentowy roztwór wodorotlenku sodowego, pozostawić go do wykrystalizowania węglanów, klarowny roztwór zdekantować i rozcieńczyć wodą destylowaną do stężenia 0,1n. Miano roztworu oznaczać przy użyciu kwaśnego ftalanu potasowego wobec fenoloftaleiny.

f) Błękit bromotymolowy, roztwór 0,1-procentowy: 0,1 g wskaźnika rozetrzeć w moździerzu z dodatkiem 3,2  $\text{cm}^3$  0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, spłukać wodą destylowaną do kolby pomiarowej pojemności 100  $\text{cm}^3$  i dopełnić do kreski.

g) Glikol etylenowy cz., roztwór: glikol etylenowy zmieszać z wodą destylowaną w stosunku objętościowym 1 : 1.

**5.3.3.2. Przygotowanie próbki.** W wysokim naczyniu wagowym odważyć  $3,5 \div 4,0$  g próbki z dokładnością do 0,0002 g. Odważkę przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250  $\text{cm}^3$  spłukując ją około 50  $\text{cm}^3$  wody destylowanej. Do kolby dodawać kroplami tyle octanu ołowiu (około 1  $\text{cm}^3$ ) aby następna kropla nie wytrącała więcej osadu. Nadmiar zasadowego octanu ołowiu strącić dodatkiem kilku kropli roztworu siarczanu sodowego. Zawartość kolby uzupełnić do kreski wodą destylowaną, dokładnie wymieszać (około 5 min) i sączyć przez suchy sączonek do suchego naczynia. Pierwszy przesącz nieco mętny w ilości około 25  $\text{cm}^3$  odrzucić.

**5.3.3.3. Wykonanie oznaczania.** 50  $\text{cm}^3$  klarownego przesączu odmierzyć pipetą do kolby stożkowej pojemności 300  $\text{cm}^3$ . Równocześnie do drugiej takiej samej kolby odmierzyć 50  $\text{cm}^3$  wody destylowanej (próbka kontrolna). Na obu próbkach wykonuje się równolegle te same czynności. Do kolby dodać  $4 \div 5$  kropli roztworu błękitu bromotymolowego i lekko zakwasić roztworem kwasu siarkowego, kolbę ogrzewać do wrzenia na łaźni wodnej, a następnie ostudzić do temperatury pokojowej i zobojętnić roztwór dodając roztwór wodorotlenku sodowego do wystąpienia czysto niebieskiego koloru. Odmierzyć pipetą i dodać do próbki 50  $\text{cm}^3$  roztworu nadjodanu sodowego, wymieszać dokładnie, kolbę nakryć luźno korkiem szklanym i pozostawić w ciemnym miejscu na 30 min. Po tym czasie dodać 10  $\text{cm}^3$  roztworu glikolu etylenowego, dokładnie wymieszać i pozostawić na dalsze 20 min. Następnie dodać 5 kropli błękitu bromotymolowego i miareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego do wyraźnie niebieskiej barwy utrzymującej się przez 1 min.

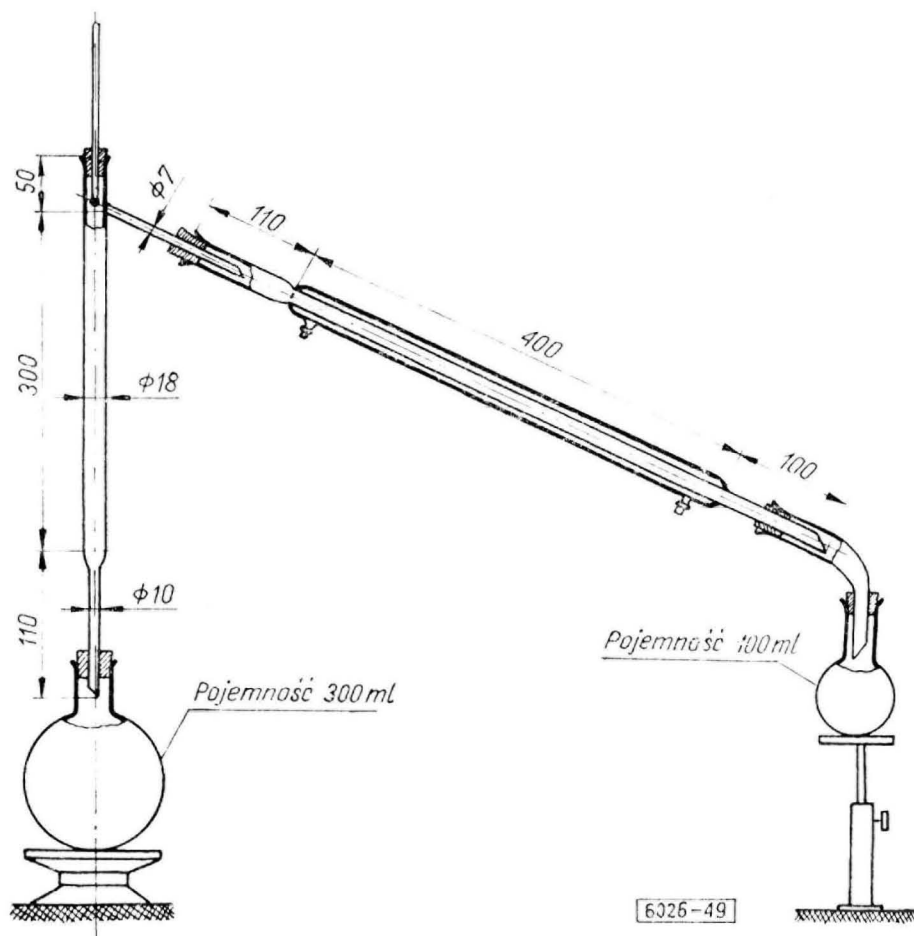
Zawartość gliceryny ( $G$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$G = \frac{(V - V_1) \cdot 0,009209 \cdot 5 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $V$  — ilość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki właściwej,  $\text{cm}^3$ ,  
 $V_1$  — ilość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania próbki kontrolnej,  $\text{cm}^3$ ,  
 $m$  — masa badanego płynu, g,  
 0,009209 — ilość gliceryny w gramach odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  0,1n roztworu wodorotlenku sodowego,  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** W kolbie destylacyjnej odważyć 100 g badanego płynu z dokładnością do 0,01 g i połączyć ją z aparatem destylacyjnym jak na rysunku. Korki i złącza uszczelnić zalewając je kolloidum. Pod wylotem chłodnicy ustawić odbieralnik zważony wraz z korkiem gumowym z dokładnością do 0,01 g. Ogrzewanie przy pomocy dowolnego grzejnika (może być palnik gazowy) regulować tak, aby w czasie 1 min przechodziło 10 ÷ 15 kropli destylatu. Po osiągnięciu 95°C destylację kontynuować jeszcze przez 5 ÷ 10 min, następnie ogrzewanie przerwać i odczekać aż krople destylatu pozostałe w chłodnicy spłyną do odbieralnika. Uzyskana ilość destylatu powinna wynosić co najmniej 25  $\text{cm}^3$ . W przy-



### 5.3.4. Oznaczanie zawartości alkoholu etylowego

#### 5.3.4.1. Aparaty i przyrządy

- Zestaw do destylacji alkoholu etylowego wg rysunku.
- Piknometr pojemności 25  $\text{cm}^3$  z kapilarnym korkiem.
- Termostat wodny o temperaturze  $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$ .
- Łażnia z wodą i lodem.
- Termometr o zakresie temperatur  $0 \div 150^\circ\text{C}$  z działką elementarną  $1^\circ\text{C}$ .

padku otrzymania mniejszej ilości destylatu niż 25  $\text{cm}^3$ , brakującą ilość uzupełnić wodą destylowaną. Odbieralnik zamknąć korkiem gumowym i zważyć z dokładnością do 0,01 g. Następnie oznaczyć gęstość destylatu w temperaturze  $20^\circ\text{C}$  przy pomocy piknometru postępując wg 5.2.2.

Zawartość alkoholu etylowego w destylacie w procentach wagowych należy odczytać z tabl. 1 części b Wzorcowych tablic alkoholometrycznych. Drugie miejsce dziesiętne obliczyć przez interpolację.

Zawartość alkoholu (A) w Steolu M obliczyć w procentach wagowych wg wzoru empirycznego

$$A = \frac{m \cdot Z}{100} \pm 0,75$$

w którym:

$m$  — masa destylatu, g,

$Z$  — zawartość alkoholu etylowego w destylacie, ‰ wag.,

0,75 — poprawka na dokładność oznaczenia, ‰,

100 — masa badanego plynu, g.

**5.3.5. Oznaczanie zawartości popiołu.** Około 5 g Steolu M odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w parownicy platynowej zważonej uprzednio z taką samą dokładnością. Parownicę z zawartością podgrzewać ostrożnie nad małym płomieniem unikając rozpryskiwania, a następnie zwiększać stopniowo ogrzewanie w miarę odparowania cieczy. Pozostałość po odparowaniu cieczy zwęglić i wyżarzyć do stałej masy w temperaturze około 600°C, w czasie 2 ÷ 3 godz (pozostałość zachować do oznaczania zawartości żelaza).

Zawartość popiołu (P) obliczyć w procentach wg wzoru

$$P = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości po wyprażeniu, g,

$m$  — odważka Steolu M, g.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości chromianu potasowego**

#### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Kwas solny (119) cz.d.a.

c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

d) Skrobia rozpuszczalna cz., roztwór 1-procentowy.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** Około 3 g badanego produktu odważyć z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> splukując 5 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu jodku potasowego i 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, kolbę przykryć luźno korkiem szklanym. Po upływie 5 min dodać do kolby 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi do zmiany barwy z niebieskiej na niebieskozieloną.

Zawartość chromianu potasowego (K) obliczyć w procentach wg wzoru

$$K = \frac{V \cdot 0,006474 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V$  — ilość 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,006474 — ilość chromianu potasowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g/cm<sup>3</sup>,

$m$  — masa Steolu M, g.

**5.3.7. Oznaczanie zawartości wodorotlenku sodowego**

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas solny cz., roztwór 0,5n.

c) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 50 g badanej próbki odważyć z dokładnością do 0,01 g w kolbie stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, dodać 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, a następnie 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego. Po upływie 5 min zawartość kolby miareczkować roztworem kwasu solnego w obecności fenoloftaleiny do zaniku różowego zabarwienia.

Zawartość wodorotlenku sodowego (W) obliczyć w procentach wg wzoru

$$W = \frac{V \cdot 0,02 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V$  — ilość 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,02 — ilość wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,5n roztworu kwasu solnego, g/cm<sup>3</sup>,

$m$  — masa badanego plynu, g.

**5.3.8. Oznaczanie zawartości chlorków metodą nefelometryczną (do 0,002‰ Cl<sup>-</sup>)**

#### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Gliceryna cz.d.a.

b) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.

c) Spirytus czysty 96‰ wolny od chlorków.

**5.3.8.2. Przygotowanie próbki.** Odważyć 2 ± 0,01 g badanego plynu i przenieść do cylindra Henera splukując 10 ÷ 15 cm<sup>3</sup> wody destylowanej.

**5.3.8.3. Przygotowanie roztworu wzorcowego chlorków (Cl<sup>-</sup>).** 40 cm<sup>3</sup> roztworu podstawowego przygotowanego wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.13 zawierającego 1 mg Cl<sup>-</sup> w 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczyć w kolbie pomiarowej wodą destylowaną do objętości 1 dm<sup>3</sup> i dokładnie wymieszać. 1 cm<sup>3</sup> roztworu powinien zawierać 0,04 mg Cl<sup>-</sup> (roztwór A).



**5.3.8.4. Przygotowanie skali porównawczej.** Skalę porównawczą należy przygotować z dwóch roztworów A i B. Roztwór B przygotować w następujący sposób: Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> odmierzyć 5 cm<sup>3</sup> gliceryny, 10 cm<sup>3</sup> roztworu chromianu potasowego i 2,5 cm<sup>3</sup> spirytusu, uzupełnić do kreski wodą destylowaną i wymieszać.

Do 5 cylindrów Henera odmierzyć po 20 cm<sup>3</sup> roztworu B i dodać kolejno podane w tabl. 3 ilości roztworu A przygotowanego wg 5.2.8.3.

Tablica 3

Nr wzorca	Dodatek roztworu A cm <sup>3</sup>	Zawartość Cl <sup>-</sup> , której odpowiada wzorzec %
I	0,25	0,0005
II	0,50	0,0010
III	0,75	0,0015
IV	1,00	0,0002
V	1,25	0,0025

**5.2.8.5. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04518 sposobem B z tym, że próbki przed dodaniem roztworu B należy ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 50°C do zmiany barwy na intensywnie niebieską.

**5.3.9. Oznaczanie zawartości chlorków metodą miareczkową (ponad 0,002% Cl<sup>-</sup>)**

**5.3.9.1. Odczynniki i roztwory**

- Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Azotan srebra cz., roztwór 0,1 n.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Chromian potasowy cz.d.a.

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** 40 g Steolu M odważyć z dokładnością do 0,01 g w parownicy platynowej, odparować ostrożnie na siatce azbestowej, a następnie spalić i ochłodzić zwilżając kilkoma kroplami wody destylowanej i ponownie ogrzewać aż do całkowitego spopielenia. Pozosta-

łość rozpuścić w gorącej wodzie destylowanej i filtrować do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>. Do przesączu dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny i zneutralizować dodając kroplami roztwór kwasu azotowego. Zobojętniony przesącz miareczkować roztworem azotanu srebra do zmiany koloru żółtego na ceglasty. Za indykator służyć zawarty w próbce chromian potasowy. Równoległe wykonać próbkę kontrolną: odważyć 0,8 g chromianu potasowego cz.d.a., rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i miareczkować roztworem azotanu srebra do analogicznego ceglatego koloru. Zawartość chlorków Cl<sup>-</sup> (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,003546 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — ilość 0,1n roztworu azotanu srebra zużytego do miareczkowania próby właściwej, cm<sup>3</sup>,

V<sub>1</sub> — ilość 0,1n roztworu azotanu srebra zużytego do miareczkowania próby kontrolnej, cm<sup>3</sup>,

0,003546 — ilość chlorków (Cl<sup>-</sup>) odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu azotanu srebra, g/cm<sup>3</sup>,

m — masa badanego płynu, g.

**5.3.10. Oznaczanie zawartości Fe<sup>3+</sup>**

**5.3.10.1. Odczynniki i roztwory.** Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

**5.3.10.2. Przygotowanie próbki.** Pozostałość po oznaczaniu zawartości popiołu wg 5.3.5 rozpuścić w 4 ÷ 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i przenieść do zlewki pojemności 100 cm<sup>3</sup> spłukując parownicę 20 ÷ 25 cm<sup>3</sup> wody. Dalej postępować wg PN-68/C-04521 p. 2.2. Roztwór soli żelaza przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> uzupełnić do kreski wodą destylowaną i dokładnie wymieszać. Do oznaczania odmierzyć pipetą 25 cm<sup>3</sup> tego roztworu.

**5.3.10.3. Wykonanie oznaczania.** Zawartość żelaza wykonać zgodnie z PN-68/C-04521 p. 2.5.5 lub p. 2.5.6. W obu przypadkach wynik oznaczania należy pomnożyć przez 10.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6026-49

**Odpowiedniki w normach zagranicznych**

ZSRR ГОСТ 5020-49 Жидкость Стеоль М — norma równoważna pod względem wymagań, z wyjątkiem dolnej granicy zawartości wodorotlenku sodowego.