

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-78</b>
	Odczynniki	<b>6191-154</b>
	<b>Węglan potasowy bezwodny</b>	Grupa katalogowa X 51

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest węglan potasowy bezwodny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan potasowy bezwodny ma:

- a) wzór chemiczny —  $K_2CO_3$ ,
- b) masę cząsteczkową — 138,21.

**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 w normie ustalono dwa gatunki węglanu potasowego bezwodnego oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** węglanu potasowego bezwodnego cz.d.a.

WĘGLAN POTASOWY BEZWODNY — cz.d.a.  
BN-78/6191-154

### 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Węglan potasowy bezwodny powinien mieć postać białego proszku rozpuszczalnego w wodzie, nierozpuszczalnego w alkoholu bezwodnym. Preparat jest silnie higroskopijny.

#### 3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość węglanu potasowego bezwodnego ( $K_2CO_3$ ), %, nie mniej niż	99	98
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Straty przy prażeniu, %, nie więcej niż	0,8	1,—
d) Zawartość chlorków i chloranów ( $Cl^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,01
e) Zawartość siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,004	0,01
f) Zawartość fosforanów ( $PO_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
g) Zawartość całkowitego azotu ( $N^+$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
h) Zawartość krzemianów ( $SiO_2^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,004	0,01
i) Zawartość glinu ( $Al^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,003
j) Zawartość żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
k) Zawartość wapnia i magnezu ( $Mg^{2+}+Ca^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,008	0,015
l) Zawartość metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005
ł) Zawartość arsenu ( $As^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,00005	0,00005
m) Zawartość sodu ( $Na^+$ ), %, nie więcej niż	0,02	0,02

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Węglan potasowy bezwodny należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego  
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 1 grudnia 1978 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1979 poz. 27)

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką teksturoowaną chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 200, 500 i 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpieczą one produkt w sposób nie gorszy niż wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości węgla potasowego bezwodnego (3.2a),

b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),

c) oznaczanie zawartości strat przy prażeniu (3.2c),

d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),

e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),

f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),

g) oznaczanie zawartości azotu (3.2g),

h) oznaczanie zawartości kwasu krzemowego (3.2h),

i) oznaczanie zawartości glinu (3.2i),

j) oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),

k) oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (3.2k),

l) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2l),

ł) oznaczanie zawartości arsenu (3.2ł),

m) oznaczanie zawartości sodu (3.2m).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii — 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g,

c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

d) wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 400 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości węgla potasowego bezwodnego ( $K_2CO_3$ )

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., 1N roztwór.

b) Oranż metylowy wskaźnik, 1-procentowy roztwór.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie należy wykonać natychmiast po otwarciu słoika z badanym preparatem. 1,0000 g badanego węgla potasowego bezwodnego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór miareczkować kwasem solnym w obecności 1—2 kropli oranżu metylowego jako wskaźnika do zmiany barwy roztworu.

Zawartość węgla potasowego bezwodnego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,069105 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 6,9105}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka węgla potasowego bezwodnego, g,

0,069105 — ilość węgla potasowego bezwodnego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 1N roztworu kwasu solnego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 25,00 g badanego węgla potasowego bezwodnego rozpuścić w 250 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

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

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{25} \quad (2)$$

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

**5.3.3. Oznaczanie strat przy prażeniu.** 2 g badanego węgla potasowego bezwodnego odważyć z dokładnością do 0,0002 g w tyglu platynowym, wyprażonym uprzednio do stałej masy i wyprażyć łagodnie w tyglu platynowym w temperaturze 270—300°C do stałej masy.

Straty przy prażeniu ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1} \quad (3)$$

w którym:

$m_1$  — odważka badanego węgla potasowego bezwodnego, g,

$m_2$  — masa wyprażonej pozostałości, g.

### 5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków i chloranów ( $\text{Cl}^-$ )

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego przeparażyć w temperaturze słabo czerwonego żaru. Pozostałość rozpuścić w małej ilości wody, do roztworu dodać 4  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego cz.d.a. (1,15), a następnie uzupełnić wodą do objętości 30  $\text{cm}^3$ . Z roztworu odpędzić  $\text{CO}_2$  przez ogrzanie do wrzenia. Po oziębieniu uzupełnić roztwór do objętości 40  $\text{cm}^3$  i w razie potrzeby przesączyć.

Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518, sposób A. Badany węglan potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min 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. — 0,02 mg  $\text{Cl}^-$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{Cl}^-$ .

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04519 oraz p-Nitrofenol, 0,2-procentowy roztwór,

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w 10  $\text{cm}^3$  wody, dodać 1—2 kropli p-nitrofenolu i zobojętnić roztworem kwasu solnego. Uzupełnić objętość roztworu do 25  $\text{cm}^3$ , dodać 0,25  $\text{cm}^3$  25-procentowego kwasu solnego oraz 3  $\text{cm}^3$  chlorku barowego.

Badany węglan potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 30 min nie będzie większe od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w 10  $\text{cm}^3$  wody. Do roztworu dodać 7,5  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu azotowego i przez zagotowanie do wrzenia odpędzić  $\text{CO}_3$ , po oziębieniu uzupełnić roztwór do objętości 15  $\text{cm}^3$ , dodać 10  $\text{cm}^3$  roztworu odczynnika do oznaczania fosforanów i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany węglan potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabar-

wienie badanego roztworu po 10 min nie będzie intensywniejsze od żółtego zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynnika oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego ( $\text{N}^+$ )

5.3.7.1. Aparatura — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody w kolbie aparatu destylacyjnego i dodać 1 g stopu Dewarda i dalej postępować wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany węglan potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółtobrazowe zabarwienie roztworu badanego po 5 min 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  $\text{N}^+$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $\text{N}^+$ .

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości krzemianów ( $\text{SiO}_2^{2-}$ )

#### 5.3.8.1. Aparatura

a) Fotokolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 795 nm.

b) Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

c) Ehametr.

#### 5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Woda redestylowana.

b) Kwas solny cz.d.a. 1,19 i 4N roztwór (przygotować przez rozcieńczenie 330  $\text{cm}^3$  kwasu solnego 1,19 w kolbie pomiarowej pojemności 1000  $\text{cm}^3$  i uzupełnić wodą do kreski).

c) Kwas siarkowy cz.d.a., 9N roztwór przygotować przez rozcieńczenie 250  $\text{cm}^3$  kwasu siarkowego 1,84 w kolbie pomiarowej pojemności 1000  $\text{cm}^3$  i uzupełnić wodą do kreski).

d) Kwas borowy cz.d.a., roztwór nasycony w temperaturze pokojowej (48 g/1000  $\text{cm}^3$ ).

e) Kwas szczawiowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

f) Kwas fluorowodorowy cz.d.a., 14-procentowy roztwór.

g) Molibdenian sodowy lub amonowy cz.d.a., 14-procentowy roztwór, przygotowany w zlewce polietylenowej w temperaturze 50°C. Po ochłodzeniu roztwór należy przesączyć.

h) Dwutlenek krzemu cz.d.a., wyprażony uprzed-

nio w ciągu 1 h w temperaturze w  $1000^{\circ}\text{C}$  i ostudzony w eksykatorze nad pięciotlenkiem fosforu,

i) Roztwór wzorcowy zawierający dwutlenek krzemu, przygotowany w następujący sposób: 1,0000 g wyprażonego dwutlenku krzemu rozpuścić w  $20\text{ cm}^3$  27-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego w zlewce polietylenowej na łaźni wodnej, całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności  $1000\text{ cm}^3$ , dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

$1\text{ cm}^3$  otrzymanego roztworu podstawowego zawiera  $1\text{ mg SiO}_2$ .

Roztwór roboczy przygotować przez rozcieńczenie roztworu w stosunku 10:990.  $1\text{ cm}^3$  otrzymanego roztworu zawiera  $0,01\text{ mg SiO}_2$ .

j) Fenoloftaleina 1-procentowy roztwór alkoholowy,

k) Mieszanina redukująca przygotowana w następujący sposób:

rozpuścić  $7,0\text{ g}$  bezwodnego siarczynu sodowego cz.d.a. w  $50\text{ cm}^3$  wody. Następnie dodać  $1,5\text{ g}$  kwasu 1-amino-2-naftolo-4-sulfonowego i rozpuścić, mieszając (Roztwór I).

$9,0\text{ g}$  pirosiarczynu sodowego bezwodnego cz.d.a. rozpuścić w  $90,0\text{ cm}^3$  wody (Roztwór II). Zmieszać roztwory I i II i przesączyć do oziębionej butelki. Roztwór ten można przechowywać przez 2—3 tygodnie.

**5.3.8.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** W zlewkach z polietylenu przygotować roztwory robocze zawierające:  $0,01$ ;  $0,02$ ;  $0,05$ ;  $0,075$  i  $0,1\text{ mg SiO}_2$ . Dodać  $0,5\text{ cm}^3$  kwasu fluorowodorowego, wymieszać i ogrzać w ciągu  $5\text{ min}$  na łaźni wodnej. Zawartość zlewki rozcieńczyć wodą do  $25\text{ cm}^3$ , dodać  $4\text{ cm}^3$  4N roztworu kwasu solnego,  $20\text{ cm}^3$  roztworu kwasu borowego i  $10\text{ cm}^3$  roztworu molibdenianu sodowego, wymieszać i pozostawić na  $10\text{ min}$ . Następnie sprawdzić pH roztworu, które powinno wynosić  $1,1 \pm 0,1$ . Dodać, mieszając,  $5\text{ cm}^3$  kwasu szczawowego, pozostawić na  $5\text{ min}$  i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności  $100\text{ cm}^3$ . Następnie dodać  $2\text{ cm}^3$  mieszaniny redukującej wg 5.3.8.2, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Po  $10\text{ min}$  przelać roztwór do kuwety, zmierzyć absorbancję przy długości fali  $765\div 795\text{ nm}$ , stosując jako odnośnik roztwór kontrolny. Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartość absorbancji, a na osi odciętych zawartości  $\text{SiO}_2$  w miligramach.

**5.3.8.4. Wykonanie oznaczenia.**  $1,00\text{ g}$  badanego węglanu potasowego bezwodnego dla odczynnika cz.d.a., a  $0,50\text{ g}$  dla odczynnika cz. rozpuścić w  $20\text{ cm}^3$  wody redestylowanej, dodać  $0,1\text{ cm}^3$  fenoloftaleiny, zobojętnić 4N roztworem kwasu solnego,

dodać  $0,5\text{ cm}^3$  kwasu fluorowodorowego, wymieszać i ogrzać na łaźni wodnej w ciągu  $5\text{ min}$ .

Dalej postępować jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Równocześnie przygotować roztwór kontrolny. Zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu po upływie  $10\text{ min}$  stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej  $1\text{ cm}$ , przy długości fali  $765\div 795\text{ nm}$ , nastawiając zero fotokolorymetru na równocześnie przygotowany roztwór kontrolny.

Wszystkie czynności powinny być wykonane w naczyniach polietylenowych.

Szkló (naczynia i butelki) należy myć gorącą mieszaniną chromową i dobrze płukać wodą redestylowaną.

Zawartość  $\text{SiO}_2$  w badanej próbce w miligramach odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość  $\text{SiO}_2$  ( $X_4$ ) w badanym węglanie potasowym bezwodnym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \quad (4)$$

w którym:

- $m$  — stężenie  $\text{SiO}_2$  odczytane z krzywej wzorcowej, mg,
- $m_1$  — odważka badanego węglanu potasowego, bezwodnego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu kontrolnego dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. —  $0,04\text{ mg SiO}_2^{2-}$ ,
- dla odczynnika cz. —  $0,05\text{ mg SiO}_2^{2-}$ .

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości glinu ( $\text{Al}^{3+}$ )

#### 5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- b) Kwas askorbinowy cz.d.a., 1-procentowy roztwór.
- c) Octan amonowy cz.d.a., 25-procentowy roztwór.
- d) Aluminon — sp. cz., 0,1-procentowy roztwór.
- e) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Al}^{3+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990.  $1\text{ cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $0,01\text{ mg Al}^{3+}$ .

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczenia.**  $1,00\text{ g}$  badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w  $20\text{ cm}^3$  wody, zobojętnić kwasem solnym (około  $4\text{ cm}^3$ ) i zagotować, odpędzić  $\text{CO}_2$  przez wygotowanie. Następnie ochłodzić, dodać  $1\text{ cm}^3$  kwasu askorbinowego,  $1\text{ cm}^3$  roztworu octanu amonowego,  $1\text{ cm}^3$  roztworu aluminonu, wymieszać i pozostawić na  $10\text{ min}$ .

Badany węglan potasowy bezwodny odpowiada wymogom normy, jeżeli powstałe po  $10\text{ min}$  zabarwienie roztworu badanego nie będzie inten-

sywniejsze 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  $\text{Al}^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,03 mg  $\text{Al}^{3+}$ .

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

**5.3.10.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-75/C-04521.02, p. 3.

**5.3.10.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521.02, p. 4 oraz kwas solny cz.d.a. (1,12).

**5.3.10.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50  $\text{cm}^3$ : 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg  $\text{Fe}^{3+}$ . Każdy z tych roztworów przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100  $\text{cm}^3$ .

Do roztworów dodać 0,2  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego i 5  $\text{cm}^3$  chlorowodoru hydroksyloaminy. Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu cytrynowego, 5  $\text{cm}^3$  roztworu 2,2'-dwupirydyli, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Po 30 min przelać roztwór do kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm i mierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm. Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydyli.

**5.3.10.4. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody i dalej postępować wg PN-75/C-04521.02, p. 7.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza.

Zawartość żelaza ( $X_5$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_5 = \frac{a \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{a}{m_1 \cdot 10} \quad (5)$$

w którym:

$a$  — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,  
 $m_1$  — odważka badanego węglanu potasowego bezwodnego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

**5.3.11. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$  i  $\text{Ca}^{2+}$ )**

#### 5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,01M przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Roztwór buforowy o pH 9,5÷10,0 przygotowany wg PN-68/C-04950.

d) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950.

e) Papierki lakmusowe.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Mg}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg  $\text{Mg}^{2+}$ .

**5.3.11.2. Wykonanie oznaczania.** 2,50 g badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w 90  $\text{cm}^3$  wody, roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego (około 10  $\text{cm}^3$ ), ogrzać do wrzenia, ostrożnie gotować w ciągu 5 min i oziębic.

Następnie do roztworu dodać, ciągle mieszając, 1  $\text{cm}^3$  roztworu zawierającego 0,1 mg  $\text{Mg}^{2+}$ , 5  $\text{cm}^3$  roztworu buforowego, 0,1 g mieszaniny wskaźnika czerni eriochromowej T i miareczkować z mikrobiurety roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia fioletowego zabarwienia roztworu w niebieskie.

Równocześnie zmiareczkować roztwór kontrolny, zawierający w tej samej objętości 1  $\text{cm}^3$  roztworu zawierającego 0,1 mg  $\text{Mg}^{2+}$ , te same ilości roztworu buforowego i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy magnezu i wapnia w przeliczeniu na  $\text{Mg}^{2+}$  ( $X_6$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,000243 \cdot 100}{2,5} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0243}{2,5} \quad (6)$$

w którym:

$V_1$  — objętość ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego użytego do zmiareczkowania badanego roztworu,  $\text{cm}^3$ ,

$V_2$  — objętość ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego użytego do zmiareczkowania kontrolnego roztworu,  $\text{cm}^3$ ,

0,000243 — ilość magnezu odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

**5.3.12. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )**

#### 5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas octowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

c) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

d) Tioacetamid cz.d.a., 2-procentowy roztwór świeżo przygotowany.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony

w stosunku 10 : 990,1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb<sup>2+</sup>.

f) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

**5.3.12.2. Wykonanie oznaczania.** 2 g badanego węglanu potasowego bezwodnego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego (około 4 cm<sup>3</sup>) i ogrzać do wrzenia, odpędzić CO<sub>2</sub> przez gotowanie i ochłodzić. Do roztworu dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu octowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu winianu sodowo-potasowego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego oraz 1 cm<sup>3</sup> roztworu tioacetamidu. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 20 cm<sup>3</sup>.

Badany węglan potasowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego te same ilości odczynników oraz:

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

### 5.3.13. Oznaczanie zawartości arsenu (As<sup>3+</sup>)

**5.3.13.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-75/C-04511, p. 2.2.

**5.3.13.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04511, p. 2.3.

**5.3.13.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej** — wg PN-75/C-04511, p. 2.5.

**5.3.13.4. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego (około 10 cm<sup>3</sup>), ogrzać do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 5 min w celu odpędzenia CO<sub>2</sub>. Następnie ochłodzić, dodać około 10 cm<sup>3</sup> kwa-

su solnego (stężenie kwasu solnego powinno wynosić około 3N) i uzupełnić wodą do objętości 40 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> jodku potasowego, 2 cm<sup>3</sup> chloru cynawego i dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość arsenu w miligramach w próbce analitycznej odczytać z krzywej wzorcowej.

Oddzielnie wykonać próbę kontrolną z wszystkimi odczynnikami używanymi do przygotowania próbki analitycznej i wynik odjąć od zawartości arsenu w próbce analitycznej.

Zawartość arsenu (X<sub>7</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{m_3 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m_3}{m_1 \cdot 10} \quad (7)$$

w którym:

m<sub>3</sub> — zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m<sub>1</sub> — odważka badanego produktu, g.

Dopuszcza się oznaczanie arsenu metodą Gutzeita wg Farmakopei Polskiej IV tom I, str. 75, metoda II.

### 5.3.14. Oznaczanie zawartości sodu (Na<sup>+</sup>)

**5.3.14.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-68/C-04953, p. 2.3.

**5.3.14.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04953, p. 2.6.

**5.3.14.3. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego węglanu potasowego bezwodnego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953, p. 2.6.

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

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

### 2. Normy i dokumenty związane

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

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie i produktach chemicznych

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

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

PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza, metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotome-

tryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu wapnia i strontu  
PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii  
PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport  
PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej  
Farmakopea Polska IV, tom I, Państwowy Zakład Wydawnictw Lekarskich, Warszawa 1965 r.

### 3. Zgodność normy z dokumentami międzynarodowymi.

Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC-4874-45 Реактивы. Калий углекислый z wyjątkiem zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

### 4. Symbol wg SWW

cz.d.a 1331-11,  
cz. 1331-42.

5. **Dotychczasowe normy.** Niniejsza norma zastępuje ZN-75/MPCh/POCh-104.