

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-79
	Odczynniki Octan potasowy	6191-166
		Grupa katalogowa X 51

### 1. WSTĘP

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

Octan potasowy ma:

- a) wzór chemiczny —  $\text{CH}_3\text{COOK}$ ,
- b) masę cząsteczkową — 98,144.

**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 ustala się dwa gatunki octanu potasowego, oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** octanu potasowego czystego do analizy:

OCTAN POTASOWY cz.d.a. BN-79/6191-166

### 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Octan potasowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, łatwo rozpuszczających się na powietrzu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Octanu potasowego, %, w substancji wysuszonej, nie mniej niż	99	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) pH 5-procentowego roztworu	6,5 ÷ 9	6,5 ÷ 9,5
d) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,005
f) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,02
g) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,005
h) Magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
i) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
k) Substancji redukujących nadmanganian potasowy	powinien odpowiadać badaniu wg 5.3.11	
l) Wody %, nie więcej niż	5	10

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 g.

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

### 5. BADANIA

#### 5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie procentowej zawartości octanu potasowego (3.3a),

b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.3b),

c) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.3c),

d) oznaczanie zawartości chlorków (3.3d),

e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.3e),

f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.3f),

g) oznaczanie zawartości wapnia (3.3g),

h) oznaczanie zawartości magnezu (3.3h),

i) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.3i),

j) oznaczanie zawartości żelaza (3.3j),

k) oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy (3.3k),

l) oznaczanie zawartości wody (3.3l).

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

a) wielkość partii — 500 kg;

b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g;

c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2;

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 30 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 26/1979 poz. 119)

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 octanu potasowego (CH<sub>3</sub>COOK)

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy lub solny cz.d.a., 0,1N roztwór.

b) Oranż metylowy, 0,1-procentowy roztwór.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 0,3000 g badanego octanu potasowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C wg 5.3.12, w tyglu platynowym, następnie, stopniowo podwyższając temperaturę do 800°C, prażyć do całkowitego zbieżenia pozostałości.

Zawartość tygla wraz z tygłem przenieść do kolby stożkowej z szeroką szyjką, pojemności 300 cm<sup>3</sup>, dodać około 100 cm<sup>3</sup> wody i rozpuścić lekko ogrzewając. Po oziębieniu miareczkować roztworem kwasu solnego lub siarkowego wobec oranżu metylowego.

Zawartość octanu potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,009814 \cdot 100}{m_1} = \frac{V \cdot 0,9814}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu kwasu solnego i siarkowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

m<sub>1</sub> — odważka próbki uprzednio wysuszonej w temperaturze 100 ÷ 105°C,

0,009814 — ilość octanu potasowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N roztworu kwasu solnego lub siarkowego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> w 100 cm<sup>3</sup> wody. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg.

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X<sub>2</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_3} \quad (2)$$

w którym:

a — masa wysuszonej pozostałości, g,

m<sub>3</sub> — odważka badanego octanu potasowego, g.

**5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu.** 5,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody nie zawierającej dwutlenku węgla, przygotowanej wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37 i wykonać oznaczenie potencjometrycznie wg PN-77/C-04963.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu będzie się mieściło w granicach:

dla odczynnika cz.d.a. — 6,5 ÷ 9,0,

dla odczynnika cz. — 6,5 ÷ 9,5.

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

**5.3.4.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, w razie potrzeby przesączyć przez sączek uprzednio wymyty gorącą wodą do zaniku reakcji na jony chlorkowe (próba z azotanem srebra) i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze 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. — 0,04 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-68/C-04519 p. 2.3 oraz roztwór wzorcowy octanu potasowego niezawierającego siarczanów, przygotowany w następujący sposób: 15,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 85 cm<sup>3</sup> wody, dodać 3 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia, dodać 6 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego, dopełnić objętość roztworu do 105 cm<sup>3</sup> i pozostawić na 18 ÷ 20 h. Wydzielony osad odsączyć. Do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 35 cm<sup>3</sup> przesączu.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 35 cm<sup>3</sup> wody, dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, ogrzać do wrzenia, dodać 3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego, wymieszać i pozostawić na 3 h.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 3 h nie będzie większe niż zmętnienie powstałe w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników, 35 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego octanu potasowego niezawierającego siarczanów oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

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

#### 5.3.6. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>)

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2 oraz wodorotlenek potasowy cz.d.a., 5-procentowy roztwór.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, zadać 7,5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w 5 cm<sup>3</sup> wody, dodać 2,5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i ponownie odparować do sucha.

Pozostałość rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, dodać 0,1 cm<sup>3</sup> roztworu *p*-nitrofenolu, zobojętnić roztworem wodorotlenku potasowego i wykonać oznaczenie zawartości fosforanów wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie badanego roztworu po 10 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. — 0,05 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,2 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca<sup>2+</sup>)

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd cz.d.a., roztwór alkoholowy 0,02-procentowy, przygotowany w następujący sposób: 0,02 g mureksydu rozpuścić w 35 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego i dopełnić wodą do objętości 100 cm<sup>3</sup>. Roztwór przechowywany w ciemnym miejscu można używać w ciągu tygodnia.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 1N roztwór.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10:990.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ca<sup>2+</sup>.

d) Kwas askorbinowy cz.d.a., 2-procentowy roztwór.

e) Cyjanek potasowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup> i dopełnić wodą do kreski (roztwór A).

Następnie pobrać pipetą 10 cm<sup>3</sup> roztworu A (= 1,00 g) dla odczynnika cz.d.a. lub 5 cm<sup>3</sup> roztworu A (= 0,5 g) dla odczynnika cz., umieścić w probówce z bezbarwnego szkła, pojemności 25 ÷ 35 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu askorbinowego, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu cyjanku potasowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i pozostawić na 5 min. Następnie dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu, wytrząsnąć i rozcieńczyć wodą do 20 cm<sup>3</sup>.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 2 min, obserwowany w przechodzącym świetle, na tle mlecznego szkła, różowy odcień badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od różowego odcienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tych samych warunkach te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Ca<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,025 mg Ca<sup>2+</sup>.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg<sup>2+</sup>)

#### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Żółcień tytanowa — wskaźnik, roztwór 0,05-procentowy, świeżo przygotowany.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 30-procentowy, nie zawierający węglanów, przygotowany wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Mg<sup>2+</sup>.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego octanu potasowego umieścić w probówce z bezbarwnego szkła, pojemności 25 ÷ 35 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego, 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu żółcień tytanowej i dokładnie wymieszać.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min, obserwowane w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła, nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tych samych warunkach te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Mg<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,02 mg Mg<sup>2+</sup>.

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

**5.3.9.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tych samych warunkach te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb<sup>2+</sup>.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>3+</sup>)

**5.3.10.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521.03 p. 4.

**5.3.10.2. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej** — wg PN-75/C-04521.03 p. 6.

**5.3.10.3. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, dodać 25 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość zwilżyć powtórnie 10 cm<sup>3</sup> kwasu i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04521.03 p.7.

Zawartość żelaza (X<sub>3</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_4 \cdot 1000} = \frac{a_1}{m_4 \cdot 10} \quad (3)$$

w którym:

- $a_1$  — stężenie  $\text{Fe}^{3+}$  odczytane z krzywej wzorcowej, mg,  
 $m_4$  — odważka badanego octanu potasowego, g.

W przypadku oznaczania dopuszczalnej zawartości żelaza, oznaczenie wykonać wg PN-75/C-04521.03 p. 8, biorąc do roztworu porównawczego:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,  
 dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

### 5.3.11. Oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy

#### 5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).  
 b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., 0,1N roztwór.

**5.3.11.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego octanu potasowego rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody, dodać 20 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,5 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego,

dla odczynnika cz. — 1,0 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego.

Badany octan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie roztworu nie zniknie w ciągu 10 min.

Równocześnie należy przeprowadzić próbę kontrolną z takimi samymi odczynniki, w takich samych ilościach i uwzględnić ją w stosunku do próbki badanej.

**5.3.12. Oznaczanie zawartości wody.** 3,000 g badanego octanu potasowego wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C.

Zawartość wody ( $X_4$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_1 - a_2}{m_5} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

- $a_1$  — masa badanego octanu potasowego przed suszeniem, g,  
 $a_2$  — masa wysuszonego octanu potasowego, g,  
 $m_5$  — odważka badanego octanu potasowego, g.

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 PN-54/C-80062

- a) wprowadzono oznaczanie pH 5-procentowego roztworu w gatunku cz.d.a. i cz.,  
 b) dostosowano zawartość chlorków w gatunku cz. do wymagań firm światowych,  
 c) zmieniono metody oznaczania zawartości fosforanów i wapnia,  
 d) obniżono granicę zawartości wody w gatunku cz.d.a. i cz.,  
 Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80062 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1980 r.

### 3. Normy 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-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

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

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-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu amonowego

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

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

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

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek, przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

### 4. Symbol wg SWW

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