

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73 <hr/> 6193-37
	Odczynniki <b>Octan sodowy uwodniony</b>	Zamiast BN-64/6191-15 <b>51</b>
		Grupa katalogowa X-52*

## 1. WSTĘP

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

Octan sodowy uwodniony ma:

- a) wzór chemiczny:  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę cząsteczkową: 136,08 (1961 r.).

### 1.2. Normy związane

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

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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 zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-68/C-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości miedzi

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

1) Symbol wg SWW dla odczynnika:

- ch.cz. 1331-435,
- cz.d.a. 1331-11,
- cz. 1331-425.

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń norma ustala trzy gatunki octanu sodowego uwodnionego, oznaczane:

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

**2.2. Przykład oznaczenia octanu sodowego uwodnionego chemicznie czystego:**

OCTAN SODOWY UWODNIONY ch.cz. BN-73/6193-37

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Octan sodowy uwodniony powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie.

### 3.2. Wymagania fizyczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Octanu sodowego uwodnionego ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), %, nie mniej niż	99	99	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,01
c) Wolnych kwasów (w przeliczeniu na $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,05
d) Wolnych alkali (w przeliczeniu na NaOH), %, nie więcej niż	0,008	0,008	0,02
e) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005

Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego  
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 1 marca 1973 r. jako norma obowiązująca  
w zakresie produkcji od dnia 1 października 1973 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 16/1973. poz. 44)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
f) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,003	0,003	0,01
g) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,0003	0,0005	0,002
h) Azotanów ( $\text{NO}_3^-$ ), %, nie więcej niż	0,0015	0,0015	nie normalizuje się
i) Glinu ( $\text{Al}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
j) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
k) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
l) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0015	0,005	0,01
ł) Magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,00025	0,0005	0,001
m) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00003	0,00005	0,0002
n) Substancji redukujących $\text{KMnO}_4$ (jako $\text{HCOOH}$ ), %, nie mniej niż	0,005	0,01	nie normalizuje się

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Octan sodowy uwodniony 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.

Dla gatunku czystego również worki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego umieszczone w beczkach drewnianych.

Masa opakowań netto: 100 g, 250 g, 500 g, 1000 g, 1500 g oraz dla gatunku cz.: 40 kg, 50 kg.

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

#### 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić najmniej 600 g.

#### 5.2. Rodzaje i opis badań

##### 5.2.1. Oznaczanie zawartości octanu sodowego uwodnionego $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .

###### 5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a. min 99,8%.

b) Kwas nadchlorowy cz.d.a., 01n roztwór w kwasie octowym lodowatym przygotowany w następujący sposób: w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup> rozpuścić 16,8 g 60-procentowego roztworu kwasu nadchlorowego w 900 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego. Do roztworu dodać 35 cm<sup>3</sup> bezwodnika kwasu octowego, po ochłodzeniu roztworu uzupełnić objętość kwasem octowym lodowatym i wymieszać.

Miano 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego nastawić po upływie 48 godz dalej podaną metodą.

W związku z tym, że kwas nadchlorowy ma różne stężenie należy uprzednio oznaczyć zawartość podstawowego składnika w następujący sposób: do odważki kwasu nadchlorowego dodać 1 kroplę roztworu oranżu metylowego i miareczkować 1n roztworem wodorotlenku sodowego do przejścia oranżoworóżowego zabarwienia roztworu w żółte.

Areometrem należy oznaczyć gęstość kwasu z dokładnością do 0,001 g/cm<sup>3</sup>.

Objętość kwasu nadchlorowego ( $V_1$ ) w cm<sup>3</sup>, konieczną dla przygotowania 1 dm<sup>3</sup> 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego w kwasie octowym obliczyć po oznaczeniu stężenia i gęstości kwasu nadchlorowego wg następującego wzoru

$$V_1 = \frac{10,047 \cdot 100}{A \cdot g_1}$$

w którym:

$A$  — stężenie kwasu nadchlorowego ( $\text{HClO}_4$ ) w stosowanym roztworze,

$g_1$  — gęstość stosowanego roztworu kwasu nadchlorowego, 10,047 — 0,1 gramorównoważnika kwasu nadchlorowego.

W celu usunięcia z kwasu nadchlorowego nadmiaru wody należy dodać bezwodnika kwasu octowego ( $V_2$ ) w ilości obliczonej w cm<sup>3</sup> wg wzoru:

$$V_2 = \frac{(100-A) V_1 \cdot \rho_1 \cdot 102}{100 \cdot 18 \cdot \rho_2}$$

w którym:

(100— $A$ ) — zawartość wody w stosowanym roztworze kwasu nadchlorowego, %,

$V_1$  — objętość roztworu kwasu nadchlorowego użytego do przygotowania roztworu, cm<sup>3</sup>,

$\rho_1$  — gęstość stosowanego roztworu kwasu nadchlorowego, g/cm<sup>3</sup>,

$\rho_2$  — gęstość stosowanego bezwodnika kwasu octowego, g/cm<sup>3</sup>,

102 — masa cząsteczkowa bezwodnika kwasu octowego,

18 — masa cząsteczkowa wody.

Obliczoną wg podanego wzoru objętość kwasu nadchlorowego ( $V_1$ ) wprowadzić stopniowo, przy ciągłym mieszaniu, do 800 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego, dodać bezwodnika kwasu octowego w obliczonej ilości i dokładnie wymieszać. Następnie dopełnić objętość roztworu kwasem octowym lodowatym do 1 cm<sup>3</sup> i ponownie wymieszać. Roztwór nadaje się do użytku po upływie 48 godz.

Miano 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego ustalić w następujący sposób: 0,5000 g kwaśnego ftalanu potasowego wysuszyć w temperaturze 110–115°C do stałej masy. Wysuszony kwaśny ftalan potasowy umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, rozpuścić przy ogrzewaniu 50 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego, dodać 2 krople roztworu fioletu krystalicznego i miareczkować 0,1n roztworem kwasu nadchlorowego do przejścia zabarwienia z niebieskiego do niebieskozielonego. Równocześnie wykonać próbę z tymi samymi odczynnikami, lecz bez kwaśnego ftalanu potasowego. Od ilości cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego zużytego w próbie właściwej odjąć ilość cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego zużytego w próbie kontrolnej.

1 cm<sup>3</sup> 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego odpowiada 0,020414 g kwaśnego ftalanu potasowego.

c) Fiolet krystaliczny wskaźnik — roztwór 0,5-procentowy w kwasie octowym lub fiolet metyloowy wskaźnik — roztwór 0,2-procentowy w kwasie octowym.

d) Eter dwuetylowy — obojętny.

**5.2.1.2. Wykonanie oznaczania.** Około 0,3000 g badanego octanu sodowego uwodnionego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, w razie konieczności ogrzać, dodać 20–25 cm<sup>3</sup> eteru dwuetylowego do rozpuszczenia.

Następnie po oziębieniu dodać 2 krople roztworu fioletu krystalicznego i miareczkować roztworem kwasu nadchlorowego w kwasie octowym do przejścia zabarwienia roztworu w barwie czystej zieleni.

W przypadku niewyraźnego przejścia zabarwienia przy miareczkowaniu, należy dodać do badanego roztworu przed miareczkowaniem 0,5 cm<sup>3</sup> bezwodnika kwasu octowego.

Zawartość octanu sodowego uwodnionego ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_3 \cdot 0,0136 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V_3$  — objętość ściśle 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego w kwasie octowym, zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka badanego octanu sodowego uwodnionego, g,

0,0136 — ilość octanu sodowego uwodnionego ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu kwasu nadchlorowego, g.

**5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 40,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody w zlewce, zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej przez 1 godz.

Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość na tyglu przemyć gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

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

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{40}$$

w którym:  $a$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

**5.2.3. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów** w przeliczeniu na  $\text{CH}_3\text{COOH}$  lub wolnych alkali w przeliczeniu NaOH.

#### 5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana, niezawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,01n.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,01n.

d) Fenoloftaleina wskaźnik 1-procentowy roztwór alkoholowy.

**5.2.3.2. Wykonanie oznaczania.** 6,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody i dodać 2–3 kropel fenoloftaleiny.

Jeżeli roztwór zabarwi się na różowo należy miareczkować go roztworem kwasu solnego do zaniku zabarwienia.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się roztworu kwasu solnego nie więcej niż:

dla odczynnika ch.cz. — 1,2 cm<sup>3</sup>,

dla odczynnika cz.d.a. — 1,2 cm<sup>3</sup>,

dla odczynnika cz. — 3,0 cm<sup>3</sup>.

1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01n roztworu kwasu solnego odpowiada 0,0004 g wodorotlenku sodowego.

Jeżeli po dodaniu fenoloftaleiny do badanego roztworu nie wystąpi różowe zabarwienie, należy miareczkować roztwór badanego octanu sodowego uwodnionego roztworem wodorotlenku sodowego do pojawienia się różowego zabarwienia.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się roztworu wodorotlenku sodowego nie więcej niż:

- dla odczynnika ch.cz. — 1 cm<sup>3</sup>,
- dla odczynnika cz.d.a. — 2 cm<sup>3</sup>,
- dla odczynnika cz. — 5 cm<sup>3</sup>.

1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego odpowiada 0,0006 g kwasu octowego.

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

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

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w kolbie stożkowej w 30 cm<sup>3</sup> wody, dodać 3,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego i ogrzać do wrzenia. Następnie roztwór oziębić, przesączyć w razie potrzeby przez sączek uprzednio przemyty gorącym 1-procentowym roztworem kwasu azotowego, dopełnić objętość roztworu wodą do 40 cm<sup>3</sup>, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.1, Sposób A.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl<sup>-</sup>,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl<sup>-</sup>,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl<sup>-</sup>

i te same ilości odczynników.

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

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04519 p. 2.3 oraz

- a) *a* — dwunitrofenol wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego umieścić w naczynku kolorymetrycznym i rozpuścić w 10÷15 cm<sup>3</sup> wody. Do roztworu dodać 2 krople roztworu *a*-dwunitrofenolu i kroplami, przy ciągłym mieszaniu, roztwór kwasu solnego do odbarwienia roztworu.

Objętość roztworu dopełnić wodą do 25 cm<sup>3</sup> i wymieszać. Dalej przeprowadzać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.2.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 30 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,03 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

i te same ilości odczynników.

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2 oraz:

- a) Metawanadan amonowy cz.d.a. przygotowany wg PN-68/C-04503 p. 2.22.4.
- b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- c) Alkohol izoamylowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 7,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego w cylindrze pojemności 50 cm<sup>3</sup>, objętość roztworu dopełnić wodą do 15 cm<sup>3</sup>, wymieszać, dodać 10 cm<sup>3</sup> odczynnika do oznaczania fosforanów i wymieszać.

Następnie po 10 min dodać do roztworu 5 cm<sup>3</sup> alkoholu izoamylowego, ostrożnie kłócić i pozostawić do rozdzielenia.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>,

10 cm<sup>3</sup> odczynnika do oznaczania fosforanów i 5 cm<sup>3</sup> alkoholu izoamylowego.

Po rozdzieleniu się warstw w roztworze badanym i porównawczym warstwy alkoholowe należy w razie potrzeby wyrównać przez dodanie alkoholu izoamylowego.

#### 5.2.7. Oznaczanie zawartości azotanów (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04509 p. 2.3.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04509 p. 2.5.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe niebieskie zabarwienie badanego roztworu jest równe lub intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,03 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>

i te same ilości odczynników.

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

#### 5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Aluminon cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy przygotowany nie krócej niż na 1 godz przed wykonaniem oznaczania. Roztwór jest trwały w ciągu 5 dni.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Węglan amonowy cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: do 20 g węglanu amonowego dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku, 40 cm<sup>3</sup> wody, rozpuścić lekko ogrzewając, dopełnić objętość roztworu wodą do 100 cm<sup>3</sup> i wymieszać.

d) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy sprawdzony na nieobecność glinu wg przepisu podanego przy przygotowaniu roztworu porównawczego.

e) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Al}^{3+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500, w rozcieńczeniu 10+990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Al}^{3+}$ .

**5.2.8.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, dodać, przy mieszaniu, 0,4 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, 2 cm<sup>3</sup> wody, dodać, przy mieszaniu, 0,4 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, 2 cm<sup>3</sup> roztworu aluminonu i dokładnie wymieszać. Po 5 min dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu węglanu amonowego i powtórnie wymieszać.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w następujący sposób: do 5,3 cm<sup>3</sup> wody zawierającej:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg  $\text{Al}^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{Al}^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $\text{Al}^{3+}$

dodać 15 cm<sup>3</sup> roztworu octanu amonowego, 0,1 cm<sup>3</sup> kwasu octowego i 2 cm<sup>3</sup> roztworu aluminonu. Po 5 min dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu węglanu amonowego i wymieszać.

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

**5.2.9.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

**5.2.9.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody w zlewce pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia i gotować przez 1÷2 min.

Dalej wykonywać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.5.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,006 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$

i te same ilości odczynników.

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

**5.2.10.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515 p. 2.3.

**5.2.10.2. Wykonanie oznaczania.** 4,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 35 cm<sup>3</sup> wody, dodać 2 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, 5 cm<sup>3</sup> wody siarkowodorowej i wymieszać.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,  
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,  
dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $\text{Pb}^{2+}$

i te same ilości odczynników.

### 5.2.11. Oznaczanie zawartości wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ )

#### 5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd wskaźnik, roztwór 0,05-procentowy trwały w ciągu 2 dni.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5 n.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Ca}^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Ca}^{2+}$ .

**5.2.11.2. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w wodzie, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Pobrać pipetą 5 cm<sup>3</sup> roztworu A (1 g preparatu) dla odczynnika ch.cz., 2 cm<sup>3</sup> roztworu A (0,4 g preparatu) dla odczynnika cz.d.a. i 1 cm<sup>3</sup> roztworu A (0,2 g preparatu) dla odczynnika cz., umieścić w probówce pojemności 25÷35 cm<sup>3</sup>. Następnie do roztworu dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego do pH 13, wymieszać, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu i ponownie wymieszać.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 1÷2 min, obserwowany w przechodzącym świetle

na tle mlecznego szkła, różowy odcień różowawo-fioletowego zabarwienia badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od różowego odcienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ,

2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu. Zabarcwienie roztworów jest trwałe przez 10 min.

### 5.2.12. Oznaczanie zawartości magnezu ( $\text{Mg}^{2+}$ )

#### 5.2.12.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

c) Kobałtawy chlorek cz.d.a., roztwór 0,5n w 1-procentowym roztworze kwasu solnego.

d) Chlorek żelazowy cz.d.a., roztwór 0,5n w 1-procentowym roztworze kwasu solnego.

e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy, sprawdzony na przydatność do oznaczania magnezu w następujący sposób: do 10 cm<sup>3</sup> wody dodać 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu żółcieni tytanowej i 2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego. Powstałe różowe zabarcwienie nie powinno być intensywniejsze od zabarcwienia roztworu wzorcowego zawierającego w tej samej objętości 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku kobałtawego i 1,5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku żelazowego.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Mg}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500, w rozcieńczeniu 10+990.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Mg}^{2+}$ .

**5.2.12.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w próbówce z bezbarwnego szkła pojemności 20 cm<sup>3</sup>, w 6 cm<sup>3</sup> wody i dopełnić objętość roztworu wodą do 8 cm<sup>3</sup>.

Do roztworu dodać 0,3 cm<sup>3</sup> roztworu żółcieni tytanowej, wymieszać, następnie dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i wymieszać.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom, jeżeli powstałe po 10 min zabarcwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarcwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w następujący sposób: do 8 cm<sup>3</sup> wody zawierającej:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg  $\text{Mg}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{Mg}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $\text{Mg}^{2+}$

dodać 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu żółcieni tytanowej, wymie-

szać, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i powtórnie wymieszać.

W razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę na zawartość magnezu w stosowanych do oznaczania ilościach roztworu wodorotlenku sodowego.

### 5.2.13. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

**5.2.13.1. Odczynniki, roztwory i aparatura** — wg PN-68/C-04511 p. 2.3 i 2.4.

**5.2.13.2. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a., a 2,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarcwienie papierka bromortęciowego uzyskane z badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarcwienia papierka bromortęciowego uzyskane z roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w tych samych warunkach i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,003 mg As,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg As,
- dla odczynnika cz. — 0,005 mg As

i te same ilości odczynników.

### 5.2.14. Oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy (jako $\text{HCOOH}$ )

#### 5.2.14.1. Odczynniki i roztwory

a) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,01n.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.

**5.2.14.2. Wykonanie oznaczania.** Do 30 cm<sup>3</sup> wody dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, roztwór ogrzać do wrzenia i gotować przez 5 min, po czym do roztworu dodawać kroplami roztworu nadmanganianu potasowego do uzyskania trwałego różowego zabarcwienia.

Następnie do roztworu dodać 5,00 g badanego octanu sodowego uwodnionego. W przypadku gdy roztwór odbarwi się, wówczas należy dodać przy pomocy mikrobiurety roztworu nadmanganianu potasowego do uzyskania różowego zabarcwienia trwałego przez 30 min.

Badany octan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli na zmiareczkowanie zużyje się roztworu nadmanganianu potasowego nie więcej niż:

- dla odczynnika ch.cz. — 1,08 cm<sup>3</sup>,
- dla odczynnika cz.d.a. — 2,16 cm<sup>3</sup>.

1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01n roztworu nadmanganianu potasowego odpowiada 0,00023 g kwasu mrówkowego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6193-37

**1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/C-6191-15**

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.
- b) zaostorzono wymaganie dotyczące zawartości octanu sodowego uwodnionego dla gatunku cz.,
- c) wprowadzono oddzielne oznaczenie glinu, wapnia i magnezu,
- d) zanormowano ilościowo zawartość substancji redukujących,

e) zmieniono metody oznaczania: zawartości procentowej podstawowego składnika, siarczanów, fosforanów, glinu, wapnia, magnezu i substancji redukujących,

f) dostosowano metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego RWPG PC 1735-69.

**2. Zalecenia międzynarodowe**

RWPG PC 1735-69 Реактивы. Натрий уксуснокислый кристаллический.