

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki Winian sodowo-potasowy	6193-53
		51
		Grupa katalogowa X-51-52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest winian sodowo-potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Winian sodowo-potasowy ma:

- wzór ogólny $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
- masę cząsteczkową 282,23 (1961 r.),
- synonim sól Seignetta.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Norma ustala dwa gatunki winianu sodowo-potasowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia winianu sodowo-potasowego czystego do analizy:

WINIAN SODOWO-POTASOWY cz.d.a. BN-74/6193-53

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Winian sodowo-potasowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów lub białego krystalicznego proszku, łatwo rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość winianu sodowo-potasowego, %	99,0÷102,0	98,5÷103
b) Zawartość potasu (w przeliczeniu na $\text{K}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$)	13,5÷13,8	13,5÷13,8
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), nie więcej niż	0,01	0,05
f) Soli amonowych, %, nie więcej niż	0,002	0,005
g) Metali ciężkich grupy siarkowodorowej (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002
i) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005
j) pH 5-procentowego roztworu	6,0÷8,7	6,0÷8,7
k) Substancji redukujących	wg 5.2.11	wg 5.2.11

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 12 sierpnia 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 33/1974 poz. 110)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Winian sodowo-potasowy należy znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką, torby z folii polietylenowej lub folii z innego tworzywa sztucznego lub worki z polietylenu umieszczone w bębnach ze sklejk.

Masa opakowań: 100, 250, 500, 1000, 2500, 5000 g, 50 kg.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

5. BADANIA

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

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości winianu sodowo-potasowego ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Kationit KU-1 lub KU-2 lub Amberlit IR-120.

d) Kwas solny cz.d.a. (1,18), roztwór 1:2,

e) Oranż metylowy wsk., roztwór 0,1-procentowy.

f) Wodorotlenek potasowy lub sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

g) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

h) Fenoloftaleina wsk., roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.1.2. Przygotowanie kationitu. Kationit odsiać od pyłu i grubych części, stosować kationit o granulacji od 0,3 ÷ 1,5 mm. W celu oddzielenia od substancji mineralnych i przeprowadzenia kationitu w formę wodorową, należy kationit umieścić w zlewce lub kolbce i parę razy ogrzewać do 50 ÷ 60°C w roztworze kwasu solnego, zlewając każdorazowo roztwór z nad warstwy kationitu i badając na zawartość żelaza (Fe^{3+}) do momentu uzyskania ujemnej reakcji na jony Fe^{3+} (próbka z rodankiem amonowym). Następnie kationit odmyć całkowicie wodą od jonów Cl^- (próba z azotanem srebra) i odsączyć na sączku Büchnera.

Przechowywać w słoiku z doszlifowanym korkiem.

5.2.1.3. Przygotowanie kolumny. Należy stosować kolumny szklane. Kolumnę napełnić wodą, w tym celu dolny koniec kolumny zanurzyć do wody, górny koniec kolumny zamknąć korkiem z rurką szklaną, przez którą zassać wodę.

Należy całkowicie pozbyć się banieczek powietrza. Następnie do kolumny wsypać małymi porcjami kationit do wysokości słupa 100 mm.

Bezpośrednio przed przepuszczaniem badanego roztworu kolumnę przemyć wodą do obojętnej reakcji wobec oranżu metylowego.

Nadmiar wody zlać pozostawiając nad kationitem 1-centymetrową warstwę wody.

Należy uważać, żeby przy analizie w warstwie kationitu nie było banieczek powietrza. Ilość kationitu w kolumnie wysokości około 100 mm przy średnicy 18 ÷ 20 mm nadaje się do oznaczania 5 ÷ 6 miligramów równoważników substancji przy stężeniu roztworu nie wyższym niż 0,1n.

5.2.1.4. Wykonanie oznaczania. 0,4500 g badanego winianu sodowo-potasowego umieścić w zlewce pojemności 75 ÷ 100 cm^3 , rozpuścić w 50 cm^3 wody i wymieszać. Otrzymany roztwór przepuszczać z prędkością 4 ÷ 6 $\text{cm}^3/1$ min przez kolumnę wypełnioną kationitem w formie wodorowej.

Zlewkę, w której rozpuszczono preparat, przemyć wielokrotnie małymi porcjami wody (łącznie 100 cm^3 wody). Wodę z przemywania przepuścić przez kolumnę z taką samą szybkością, z jaką przepuszczano badany roztwór, przy czym każdą nową porcję wlewać dopiero wtedy do kolumny, gdy poprzednia spłynie tak, że nad kationitem pozostanie tylko 1-centymetrowa warstwa płynu.

Roztwór i wodę z przemycia zbierać do kolby stożkowej pojemności 300 ÷ 350 cm^3 .

Następnie przez kolumnę przepuścić 25 cm^3 wody i sprawdzić reakcję wycieku wobec oranżu metylowego - nie powinna być kwaśna. Otrzymaną w reakcji wymiany równoważną ilość kwasu miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec 8 ÷ 10 kropli roztworu fenoloftaleiny. Zawartość winianu sodowo-potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01411 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,411}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,01411 - ilość winianu sodowo-potasowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego, g,

m - odważka badanego preparatu, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości potasu w przeliczeniu na winian potasu ($\text{K}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$)

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

b) Czterofenyloboran sodowy cz.d.a., 1-procentowy roztwór 0,01n wodorotlenku sodowego,

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

d) Ciecz do przemywania przygotować w następujący sposób: do 200 cm^3 wody dodać 0,5 g czterofenyloboranu potasowego cz.d.a., dokładnie wymieszać i pozostawić na 1 godz często mieszając. Następnie roztwór przesączyć przez gęsty sączek do sączenia. Roztwór przygotować w dniu użycia.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,1600 g badanego winianu sodowo-potasowego umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, rozpuścić w 20 cm³ wody. Do roztworu dodać 2 cm³ roztworu kwasu solnego i uzupełnić objętość do 50 cm³ wody. Zlewkę umieścić w wodzie z lodem na 5 ÷ 10 min. Następnie dodać 25 cm³ roztworu czterofenyloboranu sodowego uprzednio oziębionego w wodzie z lodem i dobrze wymieszać. Roztwór po wymieszaniu pozostawić w wodzie z lodem na 10 min, następnie przesączyć przez tygiel szklany z dnem porowatym nr 4 uprzednio wysuszony w temperaturze 120°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Zlewkę i osad przemyć cieczą do przemywania, a następnie wysuszyć w ciągu 2 godz w temperaturze 110 ÷ 120°C.

Ciecz do przemywania nie musi być oziębiona do temperatury 0°C.

Zawartość winianu potasu (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a_2 - a_1) \cdot 0,3157 \cdot 100}{m_2} = \frac{(a_2 - a_1) \cdot 31,57}{m_2}$$

w którym:

a₂ - masa tygla z wysuszonym osadem, g,

a₁ - masa tygla bez osadu, g,

m₂ - odważka badanego winianu sodowo-potasowego, g,

0,3157 - współczynnik do przeliczenia czterofenyloboranu potasowego na winian potasowy.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 30,00 g badanego winianu sodowo-potasowego rozpuścić w 300 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany winian sodowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 1,5 mg,

dla odczynnika cz. - 3,0 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

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 winianu sodowo-potasowego rozpuścić w 15 cm³ wody, dodać 5 cm³ kwasu azotowego i dalej oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04518. Sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl⁻.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 p. 2.3 oraz nadtlenek wodoru cz.d.a. 3-procentowy roztwór.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego winianu sodowo-potasowego cz.d.a. lub 0,5 g cz. umieścić w tyglu platynowym i wyprażyć w piecu

elektrycznym do całkowitego spalenia (biała pozostałość). Pozostałość po spaleniu rozpuścić w 10 cm³ wody z 1 kroplą nadtlenku wodoru. Roztwór zubożyć kwasem solnym i rozcieńczyć do objętości 46 cm³ i dalej oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 Sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. - 0,25 mg SO₄²⁻,

5.2.6. Oznaczenie zawartości soli amonowych (NH₄⁺)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04525.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego winianu sodowo-potasowego rozpuścić w 48 cm³ wody i oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04525.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg NH₄⁺,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg NH₄⁺,

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

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

c) Roztwór wzorcowy przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego winianu sodowo-potasowego rozpuścić w 8 cm³ wody. Do roztworu dodać 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego oraz 1 cm³ roztworu tioacetamidu i wymieszać.

Badany winian sodowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe 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. - 0,01 mg Pb²⁺,

- dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb²⁺.

5.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe²⁺)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego winianu sodowo-potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 3 cm³ kwasu solnego i dalej oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04521 p. 2.4 z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli.

Do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Fe²⁺,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Fe²⁺.

5.2.9. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca²⁺)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

c) Mureksyd cz.d.a., 0,05-procentowy roztwór wodny.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego winianu sodowo-potasowego umieścić w tyglu platynowym i wyprażyć w piecu elektrycznym do całkowitego spalania. Pozostałość po spalaniu rozpuścić w 5 cm³ wody i zobojętnić kwasem solnym. Następnie do roztworu dodać 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego oraz 0,2 cm³ roztworu mureksydu i dobrze wymieszać.

Badany winian sodowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego 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. - 0,02 mg Ca²⁺,
dla odczynnika cz. - 0,05 mg Ca²⁺.

5.2.10. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego winianu sodowo-potasowego rozpuścić

w 95 cm³ destylowanej wody nie zawierającej dwutlenku węgla i oznaczyć pH na pehametrze.

5.2.11. Oznaczanie zawartości substancji redukujących

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a.
b) Siarczan miedziowy cz.d.a.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego winianu sodowo-potasowego przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, dodać 3,5 g wodorotlenku sodowego oraz 30 cm³ wody.

Otrzymany roztwór rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać (roztwór I).

Osobno rozpuścić 1,00 g siarczanu miedziowego w 50 cm³ wody (roztwór II). Do 20 cm³ roztworu I dodać powoli ciągle mieszając 20 cm³ roztworu II. Otrzymaną mieszaninę doprowadzić do wrzenia, po czym dodać 40 cm³ wrzącej wody.

Badany winian sodowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nie tworzy się osad i roztwór nie przybiera barwy zielonej.

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-57/C-80564

- a) zaostrzono wymagania dla odczynnika cz.d.a. w stosunku do chlorków, żelaza dla odczynnika cz. - procentowa zawartość,
b) wprowadzono oznaczanie zawartości soli amonowych zamiast azotu ogólnego z zaostrzeniem wymagań normy,
c) wprowadzono oznaczanie pH 5-procentowego roztworu zamiast odczynu,
d) zmieniono metody oznaczania: zawartości procentowej, metali ciężkich, żelaza, wapnia,
e) dostosowano badania do zalecenia RWPG PC 3250-71.
Dotychczas obowiązująca PN-57/C-80564 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1975 r.

3. Normy związane

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

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-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości żelaza

PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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 i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 3250-71 Реактивы. Калий натрий виннокислый.