

wycof 1.09.91  
2/91 ps  
ob. 90/6191-131

6190

<b>WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO</b>	<b>NORMA BRANŻOWA</b>	<b>BN-74</b>
	<b>Odczynniki</b>	<b>6191-131</b>
	<b>Jodek potasowy</b>	
		Grupa katalogowa X 51

**1. WSTĘP**

Przedmiotem normy jest jodek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Jodek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny — KJ,
- b) masę cząsteczkową — 166,01.

**2. PODZIAŁ I OZNACZENIE**

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala trzy gatunki jodku potasowego:

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

**2.2. Przykład oznaczenia jodku potasowego chemicznie czystego:**

JODEK POTASOWY ch.cz. BN-74/6191-131

**3. WYMAGANIA**

**3.1. Wymagania ogólne.** Jodek potasowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, bez zapachu o gorzkawo-słodkim smaku, łatwo rozpuszczalny w wodzie, w alkoholu i acetonie. Pod wpływem powietrza i wilgoci żółknie wskutek wydzielania się jodu; światło przyspiesza proces rozkładu.

**3.2. Wymagania chemiczne**

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
a) Jodku potasowego (KJ) w preparacie wysuszonym, %, nie mniej niż	99,5	99,5	99,5

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
b) Wilgoci, %, nie więcej niż	0,1	0,1	0,1
c) Substancji nierozpuszczalnych, %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,02
d) pH 5-procentowego roztworu w granicach	6,5 ÷ 8,0	6,5 ÷ 8,0	nie normalizuje się
e) Alkaliczność (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ), %, nie więcej niż	0,02	0,03	0,05
f) Chlorków i bromków (Cl <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż	0,01	0,01	0,1
g) Siarczanów (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,02
h) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,003
i) Fosforanów (PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,002	nie normalizuje się
j) Jodu i jodanów (JO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,005	0,01
k) Żelaza (Fe <sup>3+</sup> ), %, nie więcej niż	0,0002	0,0003	0,001
l) Wapnia (Ca <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,01
m) Magnezu (Mg <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,005
n) Sodiu (Na <sup>+</sup> ), %, nie więcej niż	0,01	0,2	nie normalizuje się
o) Metali ciężkich (Pb <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
p) Baru (Ba <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,004	0,008
r) Glinu (Al <sup>3+</sup> ), %, nie więcej niż	0,002	0,002	nie normalizuje się
s) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00002	0,00002	0,0005

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
 Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego  
 Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 10 października 1974 r. jako norma obowiązująca  
 w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętkami 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, 50 kg.

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

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości jodku potasowego (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości wilgoci (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- d) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2d),
- e) oznaczanie alkaliczności (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości chlorków i bromków (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości jodu i jodanów (3.2j),
- k) oznaczanie zawartości żelaza (3.2k),
- l) oznaczanie zawartości wapnia (3.2l),
- m) oznaczanie zawartości magnezu (3.2m),
- n) oznaczanie zawartości sodu (3.2n),
- o) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2o),
- p) oznaczanie zawartości baru (3.2p),
- r) oznaczanie zawartości glinu (3.2r),
- s) oznaczanie zawartości arsenu (3.2s).

**5.2. Pobieranie próbek.** Średnią próbkę laboratoryjną pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić najmniej 800 g.

##### 5.3. Opis badań

##### 5.3.1. Oznaczanie zawartości jodku potasowego (KJ)

###### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.

d) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Około 0,5000 g badanego jodku potasowego wysuszonego do stałej masy rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody w kolbie pojemności 250 cm<sup>3</sup>. Roztwór zakwasić 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i mieszając dodać 50,0 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra.

Roztwór mieszać około 1 min, a następnie odmiareczkować nadmiar azotanu srebra wobec 2 cm<sup>3</sup> roztworu ałunu żelazowo-amonowego roztworem rodanku amonowego do zmiany zabarwienia roztworu.

Zawartość jodku potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0166 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 1,66}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V_1$  — objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra dodana do roztworu, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  — objętość ściśle 0,1n roztworu rodanku amonowego zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,0166 — ilość KJ odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g,

$m$  — odważka badanego jodku potasowego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości wilgoci.** Około 5,0000 g badanego jodku potasowego odważyć w uprzednio wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g naczyniu wagowym i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość wilgoci w procentach ( $X_1$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_1 - A_1) \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

$m_1$  — odważka badanego jodku potasowego, g,

$A_1$  — masa pozostałości po wysuszeniu, g.

**5.3.3 Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 40,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 400 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość w tyglu przemyć wodą i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Otrzymany roztwór dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. powinien być przezroczysty i bezbarwny.

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

$$X_2 = \frac{A_2 \cdot 100}{40} \quad (3)$$

w którym  $A_2$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

**5.3.4. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu.** 5,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wygotowanej wody i wykonać oznaczenie elektrometrycznie.

### 5.3.5. Oznaczanie alkaliczności (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,01n.
- Oranż metylowy wsk., roztwór 0,1-procentowy.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** Około 10,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody nie zawierającej dwutlenku węgla i miareczkować roztworem kwasu solnego w obecności 0,1 cm<sup>3</sup> roztworu oranżu metylowego.

Alkaliczność (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) (X<sub>3</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_3 \cdot 0,000691 \cdot 100}{m_3} = \frac{V_3 \cdot 0,0691}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

V<sub>3</sub> — objętość ściśle 0,01n roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

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

0,000691 — ilość węglanu potasowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01n roztworu kwasu solnego, g.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków i bromków (Cl<sup>-</sup>)

#### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Sodowy azotyn cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Papierki jodo-cynko-skrobiowe.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl<sup>-</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Cl<sup>-</sup>.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania** 0,30 g badanego jodku potasowego umieścić w kolbie stożkowej z szeroką szyjką pojemności 100 cm<sup>3</sup> z kreską na 40 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 32 cm<sup>3</sup> wody, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i 3 cm<sup>3</sup> roztworu azotynu sodowego.

Ogrzać do wrzenia i gotować do odbarwienia roztworu, zaniku zapachu jodu oraz całkowitego rozłożenia azotynu sodowego (papierek jodo-cynko-skrobiowy powinien pozostać bezbarwny) utrzymując stałą objętość 40 cm<sup>3</sup>. Po oziębieniu

dodać do roztworu 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra i pozostawić w ciemności na 20 min.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja powstała w roztworze badanym po 20 min nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla odczynnika ch.cz., cz.d.a. i cz. — 0,03 mg Cl<sup>-</sup> i te same ilości odczynników bez dodawania azotynu sodowego.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (So<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

**5.3.7.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519.

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego jodku potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, do roztworu dodać 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 5 cm<sup>3</sup> chlorku barowego i pozostawić na 1 godz.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze po upływie 1 godz nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,20 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N)

**5.3.8.1. Odczynniki, roztwory i aparatura** — wg PN-68/C-04527.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego jodku potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 150 cm<sup>3</sup> wody w kolbie aparatu destylacyjnego i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli 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 ch.cz. — 0,02 mg N,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,03 mg N.

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

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

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> wody i wy-



konać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie roztworu badanego po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego takie same ilości odczynników oraz:

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

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

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości jodu i jodanów ( $\text{JO}_3^-$ )

#### 5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., 1-procentowy roztwór świeżo przygotowany.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.

c) Tiosiarczan sodowy roztwór 0,01n świeżo przygotowany.

d) Woda destylowana nie zawierająca węglanów przygotowana wg PN-68/C-06500.

**5.3.10.2. Wykonanie oznaczania.** Około 20,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> wody, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, 2 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi jako wskaźnika i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do zaniku niebieskiego zabarwienia roztworu.

Zawartość jodanów i jodu ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V_4 \cdot 0,0002915 \cdot 100}{m_4} = \frac{V_4 \cdot 0,02915}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

$V_4$  — objętość ściśle 0,01n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m_4$  — odważka badanego jodku potasowego, g,

0,0002915 — ilość jodanów odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

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

**5.3.11.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2. oraz kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

**5.3.11.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w szklanej parownicy w 5 cm<sup>3</sup> wody i 5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego.

Następnie roztwór odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 20 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.3.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe czerwone zabarwienie badanego roztworu po upływie 30 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości

odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,

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

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

#### 5.3.12.1. 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>.

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

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

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

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

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

Następnie pobrać pipetą 5 cm<sup>3</sup> roztworu A (0,5 g preparatu) dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu A (0,25 g preparatu) 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, zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm<sup>3</sup> cyjanu potasowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego, pozostawić na 5 min i dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu, wytrząsnąć i rozcieńczyć wodą do 10 cm<sup>3</sup>.

Badany jodek 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 z roztworem badanym zawierającym w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. — 0,025 mg  $\text{Ca}^{2+}$ .

1 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm<sup>3</sup> roztworu mureksydu. Zabarwienie roztworów jest trwałe w ciągu 8 ÷ 10 min.

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

#### 5.3.13.1. Odczynniki i roztwory

a) Żółcień tytanową wsk., 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  $Mg^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1  $cm^3$  rozcieńczonego zawiera 0,01 mg  $Mg^{2+}$ .

**5.3.13.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 18  $cm^3$  wody, dodać 2  $cm^3$  roztworu wodorotlenku sodowego 0,2  $cm^3$  roztworu żółci tytanowej, dokładnie wymieszać.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości i takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg  $Mg^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $Mg^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg  $Mg^{2+}$ .

**5.3.14. Oznaczanie zawartości sodu ( $Na^+$ )** — wg PN-58/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania przygotować 5-procentowy roztwór badanego jodku potasowego.

**5.3.15. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem ( $Pb^{2+}$ )**

**5.3.15.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515.

**5.3.15.2. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 20  $cm^3$  wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,05 mg  $Pb^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $Pb^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $Pb^{2+}$ .

**5.3.16. Oznaczanie zawartości baru ( $Ba^{2+}$ )**

**5.3.16.1. Odczynniki i roztwory**

- a) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- b) Siarczan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Ba^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1  $cm^3$  rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $Ba^{2+}$ .

**5.3.16.2. Wykonanie oznaczania.** 4,00 g badanego jodku potasowego dla preparatu ch.cz. i cz.d.a. lub 2,00 g dla preparatu cz. rozpuścić w 15  $cm^3$  wody i w razie potrzeby przesączyć.

Następnie do roztworu dodać 0,4  $cm^3$  roztworu kwasu octowego i 5  $cm^3$  roztworu siarczanu sodowego, odstawić na 1 godz. Jeżeli po upływie tego czasu badany roztwór zabarwi się na kolor żółty, należy dodać kroplami roztworu tiosiarczanu sodowego do odbarwienia roztworu.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja powstała w roztworze badanym nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,04 mg  $Ba^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,16 mg  $Ba^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. — 0,16 mg  $Ba^{2+}$ .

**5.3.17. Oznaczanie zawartości glinu ( $Al^{3+}$ )**

**5.3.17.1. Odczynniki i roztwory**

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- b) Moryna, roztwór przygotowany w następujący sposób: 1 g moryny rozpuścić w 50  $cm^3$  metanolu cz.d.a. i przesączyć.
- c) Octan sodowy cz.d.a.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Al^{3+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1  $cm^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Al^{3+}$ .

**5.3.17.2. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego jodku potasowego rozpuścić w 10  $cm^3$  wody, dodać 0,1  $cm^3$  kwasu solnego, 0,1  $cm^3$  roztworu moryny, 1 g octanu sodowego i wymieszać.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała w badanym roztworze po upływie 15 min żółtozielona fluorescencja nie będzie silniejsza od fluorescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. 0,01 mg  $Al^{3+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. 0,01 mg  $Al^{3+}$ .

**5.3.18. Oznaczanie zawartości arsenu ( $As$ )**

**5.3.18.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04511.

**5.3.18.2. Wykonanie oznaczania.** 25,00 g badanego jodku potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 2,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 30  $cm^3$  wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511.

Badany jodek potasowy odpowiada wymaga-

niom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — cz.d.a. — 0,005 mg As,  
dla odczynnika cz. — 0,01 mg As.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-80258**

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.
- b) dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego PC 2880-70.

Dotychczas obowiązująca PN-64/C-80258 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1975 r.

**3. Normy związane**

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

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

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych

zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

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

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczne oznaczenie 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

**4. Zalecenia międzynarodowe**

RWPG PC 2680-70 Реактивы. Калий иодистый