

wycof 1.01.91
9/90p21
ob. 90/6193-51

6189
SWW ch. cz. 1331-438
cz. d. a. 1331-111
cz. 1331-428

UKD 547.461.2:41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74 6193-51
	Odczynniki	
	Kwas szczawiowy	
		Grupa katalogowa X 52

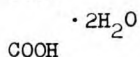
1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas szczawiowy stosowa-
ny jako odczynnik chemiczny.

Kwas szczawiowy ma:

a) wzór chemiczny $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$

b) wzór strukturalny $COOH$



c) masę cząsteczkową 120,07 (1961 r.).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głów-
nego składnika i zanieczyszczeń, norma ustala trzy
gatunki kwasu szczawiowego oznaczane:

ch.cz. - chemicznie czysty,

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu szczawiowego che-
micznie czystego:

KWAS SZCZAWIOWY ch.cz. BN-74/6193-51

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas szczawiowy powinien
mieć postać bezbarwnych kryształów, rozpuszczalnych
w wodzie i w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu szczawiowego ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$), %, nie mniej niż	99,8	99,8	99,0
b) Substancji nieroz- puszczalnych w wo- dzie, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu, nie wię- cej niż	0,01	0,01	0,05
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
f) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,005
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0002	0,002
h) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie wię- cej niż	0,0002	0,0005	0,001
i) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002	nie norma- lizuje się
j) Magnezu (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,0015	0,0015	nie norma- lizuje się
k) Zanieczyszczeń organicznych	wg 5.2.10	wg 5.2.10	wg 5.2.10

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 33/1975 poz. 110)

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

Kwas szczawiowy 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, słoiki z polietylenu lub innego tworzywa sztucznego z nakrętką.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000, 2500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposóbnie gorszy od wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

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

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu szczawiowego ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,2500 g badanego kwasu szczawiowego rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 150 cm³ w 30 cm³ wody.

Do roztworu dodać 5 cm³ kwasu siarkowego, ogrzać do temperatury 75 ÷ 80°C i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do trwałego różowego zabarwienia.

Zawartość kwasu szczawiowego ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,006303 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, zużyta do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanego kwasu szczawiowego, g,

0,006303 - ilość kwasu szczawiowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego kwasu szczawiowego umieścić w zlewce pojemności 600 cm³ i rozpuścić w 400 cm³ gorącej wody. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej.

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

czenia G_4 . Pozostałość na tyglu przemyc 150 cm³ gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.cz. - 2 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. - 2 mg,
- dla odczynnika cz. - 10 mg.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 badanego kwasu szczawiowego dla odczynnika ch.cz. lub 2,00g dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozpuścić w 27 cm³ wody i dodać 15 cm³ roztworu kwasu azotowego.

W razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek uprzednio przemyty 1-procentowym roztworem kwasu azotowego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 Sposób A.

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

- dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. - 0,1 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

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

- Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g badanego kwasu szczawiowego odparować w tyglu platynowym z 2 cm³ roztworu węglanu sodowego do sucha na elektrycznej płytce do ulotnienia głównej masy preparatu, a następnie wyprażyć w elektrycznym piecu w temperaturze 600 ÷ 700°C. W przypadku niecałkowitego spalania, pozostałość zwilżyć 1-2 kroplami wody, wysuszyć na łaźni wodnej i powtórnie wyprażyć do uzyskania białej pozostałości.

Pozostałość rozpuścić w 10 cm³ wody, dodać 2 cm³ roztworu nadtlenku wodoru, roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 25 cm³ wody, przesączyć w razie potrzeby przez sączek uprzednio przemyty gorącą wodą, uzupełnić objętość roztworu wodą do 46 cm³ i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.1.

Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 15 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od

opalizacji roztworu badanego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,03 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,06 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. - 0,15 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwasu szczawiowego rozpuścić w 150 cm^3 gorącej wody w kolbie aparatu do destylacji i wykonać oznaczanie azotu metodą destylacyjną wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 5 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg N,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg N,
- dla odczynnika cz. - 0,1 mg N

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2 oraz:

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu szczawiowego ch.cz. i cz.d.a. lub 2,00 g cz. umieścić w tyglu porcelanowym i ostrożnie ogrzewać na płomieniu palnika, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze $500 \pm 600^\circ\text{C}$. Tygiel oziębić, dodać 1 cm^3 roztworu kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Do suchej pozostałości dodać 0,5 cm^3 roztworu kwasu azotowego, 20 cm^3 wody i doprowadzić do wrzenia. Po oziębieniu roztwór przenieść ilościowo do cylindra kolorymetrycznego, dopełnić objętość wodą do 25 cm^3 i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,04 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515 p. 2.3 oraz kwas solny cz.d.a. (1,18).

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu szczawiowego umieścić w tyglu porcelanowym

i ostrożnie ogrzewać na łaźni piaskowej do całkowitego ulotnienia się kwasu szczawiowego. Pozostałość odparować dwukrotnie do sucha z 1 cm^3 kwasu solnego (1,18) na łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w 1 cm^3 roztworu kwasu solnego i przenieść 15 $\pm$ 20 cm^3 gorącej wody do kolby pojemności 100 cm^3 .

Otrzymany roztwór zobojętnić amoniakiem wobec papierka lakmusowego, w razie potrzeby przesączyć i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwas szczawiowy 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. - 0,01 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,05 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

5.2.8. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- b) Mureksyd wsk., roztwór 0,05-procentowy, trwały w ciągu 2 dni.
- c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 rozcieńczony 10 + 990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwasu szczawiowego umieścić w platynowej parownicy i ogrzewać na łaźni piaskowej do całkowitego ulotnienia się kwasu szczawiowego.

Pozostałość wyprażyć w temperaturze $500 \pm 600^\circ\text{C}$, oziębić, dodać do pozostałości 3 cm^3 roztworu kwasu solnego i odparować na łaźni wodnej do sucha.

Następnie pozostałość zwilżyć 0,5 cm^3 roztworu kwasu solnego, rozpuścić w 10 cm^3 wody i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 25 cm^3 . Parownicę spłukać 10 cm^3 gorącej wody, po spłukaniu zlać do tej samej kolby pomiarowej. Po oziębieniu objętość roztworu w kolbie dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać - roztwór A (roztwór pozostawić do oznaczania magnezu wg 5.2.9).

Pobrać pipetą 5 cm^3 roztworu A (1 g) dla odczynnika ch.cz. i 2 cm^3 roztworu A (0,4 g) dla odczynnika cz.d.a., umieścić w próbówce z bezbarwnego szkła pojemności 20 $\pm$ 30 cm^3 , dodać do roztworu dla odczynnika cz.d.a. 3 cm^3 wody, badany roztwór zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka lakmusowego, dodać jeszcze 0,5 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i wymieszać - pH roztworu powinna wynosić około 12 - następnie dodać 1 cm^3 roztworu mureksydu i ponownie wymieszać.

Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 1 $\pm$ 2 min obserwowany w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła, różowy odcień różowawo-fioletowego zabarwienia badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od róż-

zowego odcienienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworem badanym i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,005 mg Ca^{2+} ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,008 mg Ca^{2+}
oraz 0,5 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm³ roztworu mureksydu.

Zabarwienie roztworów jest trwałe w ciągu 10 min.

5.2.9. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+})

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Żółcień tytanowa wsk., roztwór 0,05-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 2 cm³ roztworu otrzymanego wg 5.2.8.2 (0,4 g preparatu) dodać 0,2 cm³ żółcień tytanowej, 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, dopełnić objętość roztworu wodą do 10 cm³ i wymieszać.

Badany kwas szczawiowy 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:

dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. - 0,006 mg Mg^{2+} i te same ilości odczynników.

5.2.10. Oznaczanie zawartości organicznych zanieczyszczeń

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

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

c) Chlorek kobaltowy cz.d.a., roztwór zawierający w 100 cm³ 5,95 g chlorku kobaltowego ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) i 2,5 cm³ kwasu solnego.

d) Chlorek żelazawy cz.d.a., roztwór zawierający w 100 cm³ 4,50 g chlorku żelazowego ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) i 2,5 cm³ kwasu solnego.

e) Siarczan miedziowy cz.d.a., roztwór zawierający 6,24 g siarczanu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) i 2,5 cm³ kwasu solnego.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwasu szczawiowego umieścić w probówce z bezbarwnego szkła (średnicy 18 ÷ 20 mm) dokładnie przemytej kwasem siarkowym, dodać 10 cm³ kwasu siarkowego, ostrożnie wymieszać i ogrzewać na łożni wodnej w temperaturze 80°C w ciągu 30 min (do rozpuszczenia preparatu).

Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie, obserwowane wzdłuż osi probówek na tle mlecznego szkła, nie będzie ciemniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w przypadku odczynnika:

ch.cz. - tej samej objętości kwasu siarkowego ogrzanego w temperaturze 80°C w ciągu 30 min,

cz.d.a. - 0,15 cm³ roztworu chlorku kobaltowego
0,35 cm³ roztworu chlorku żelazowego i
0,25 cm³ roztworu siarczanu miedziowego - dopełnionego do 10 cm³ wodą,

cz. - 0,5 cm³ roztworu chlorku kobaltowego,
2,0 cm³ roztworu chlorku żelazowego i
0,5 cm³ roztworu siarczanu miedziowego - dopełnionego do 10 cm³ wodą.

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-58/C-80570

- wprowadzono gatunek ch.cz.,
- zmieniono metody oznaczania zawartości wapnia i zanieczyszczeń organicznych,
- dostosowano wymagania i metody badań do zaleceń RWPg PC 3251-71.

Dotychczas obowiązująca PN-58/C-80570 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1975 r.

3. Normy związane

- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
- 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-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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. Norma jest wdrożeniem zaleceń RWPg PC 3251-71 Реактивы. Кислота щавелевая

1. W punkcie 1c), zamiast: masę cząsteczkową 120,07 (1961 r.), powinno być: masę molową 126,06 g/mol.

2. W rozdziale 5. **Badania** dopisuje się p. 5.2.3 o treści:

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu.

5.2.3.1. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego kwasu szczawiowego ch.cz. i cz.d.a. lub 5,00 g cz. umieścić w tyglu porcelanowym uprzednio wyprażonym w temperaturze 600—700°C do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, ogrzewać pod wyciągiem na płomieniu palnika, a następnie wyprażyć do stałej masy w piecu elektrycznym w temperaturze 600—700°C. Badany kwas szczawiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości po prażeniu nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz — 1,0 mg

dla odczynnika cz.d.a. — 1,0 mg

dla odczynnika cz. — 2,5 mg

numerację pozostałych punktów odpowiednio zmienia się.

(Biuletyn PKNMiJ nr 11—12/85 poz. 104)