

tu do destylacji z parą wodną. Dodać 30 mL *stężonego roztworu wodorotlenku sodu OD* i destylować natychmiast przepuszczając parę wodną przez mieszaninę. Zebrać ok. 40 mL destylatu do 20,0 mL *kwasy solnego (0,01 mol/L) RM* i wystarczającej objętości *wody OD*, w celu zakrycia końca chłodnicy. Pod koniec destylacji obniżyć odbieralnik tak, aby koniec chłodnicy był powyżej powierzchni kwasu. Zachować ostrożność, uniemożliwiając przedostanie się wody z zewnętrznej powierzchni chłodnicy do zawartości odbieralnika. Destylat miareczkować *roztworem wodorotlenku sodu (0,01 mol/L) RM* używając *mieszanego roztworu czerwieni metylowej OD* jako wskaźnika (n_1 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,01 mol/L) RM*).

Powtórzyć oznaczenie używając ok. 50 mg *glukozy OD* zamiast substancji badanej (n_2 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,01 mol/L) RM*).

$$\text{Zawartość azotu} = \frac{0,01401(n_2 - n_1)}{m} \%$$

01/2008:20510

2.5.10. PRODUKTY SPALANIA W TLENIE

Jeżeli nie podano inaczej, kolbą do spalania jest kolba stożkowa poj. co najmniej 500 mL ze szkła borokrzemowego, zaopatrzona w szklany korek ze szlifem z odpowiednim nośnikiem dla próbki, np. platynowym lub platynowo-irydowym.

Podaną ilość miałko sproszkowanej substancji badanej umieścić w środkowej części bibuły filtracyjnej o wielkości ok. 30 mm na 40 mm, z małym paskiem o szerokości ok. 10 mm i długości 30 mm. Jeżeli polecana jest bibuła impregnowana węglanem litu, zwilżyć środek bibuły nasyconym *roztworem węglanu litu OD* i wysuszyć w suszarce przed użyciem. Zawinąć badaną substancję w bibułę i umieścić w nośniku próbki.

Umieścić w kolbie *wodę OD* lub podany roztwór absorbujący produkty spalania, usunąć powietrze tlenem, używając rurki, której koniec znajduje się tuż powyżej roztworu, zwilżyć szyjkę kolby *wodą OD* i zamknąć korkiem. Zapalić pasek bibuły, zachowując ostrożność. Podczas spalania kolba powinna być dobrze zamknięta. Wyrząsać zawartość kolby energicznie, do całkowitego rozpuszczenia produktów spalania. Ochłodzić i po ok. 5 min, jeżeli nie podano inaczej, ostrożnie otworzyć kolbę. Przemyc stałe cząstki, ściany kolby oraz nośnik próbki *wodą OD*. Połączyć produkty spalania i przemywania i postępować dalej, jak podano w monografii.

01/2008:20511
zmieniona (8.0)

2.5.11. MIARECZKOWANIE KOMPLEKSOMETRYCZNE

GLIN

Przenieść 20,0 mL podanego roztworu do kolby stożkowej poj. 500 mL, dodać 25,0 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* i 10 mL mieszaniny takich samych objętości *roztworu octanu amonowego OD (155 g/L)* i *rozcieńczonego kwasu octowego OD*. Mieszaninę utrzymywać 2 min we wrzeniu i ochłodzić. Dodać 50 mL *etanolu OD* i 3 mL *świeżo przygotowanego roztworu (0,25 g/L) ditizonu OD w etanolu OD*. Nadmiar roztworu edetynianu sodu odmiareczkować *roztworem siarczynu cynku (0,1 mol/L) RM* do zmiany zabarwienia z zielonawoniebieskiego na czerwono fioletowe.

1 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 2,698 mg Al.

BIZMUT

Przenieść podany roztwór do kolby stożkowej poj. 500 mL. Uzupelnąć *wodą OD* do 250 mL i jeżeli nie podano inaczej, dawać kroplami, mieszając, *stężony wodorotlenek amonowy OD* do zmętnienia mieszaniny. Dodać 0,5 mL *kwasy azotowego OD*. Ogrzać do temperatury ok. 70°C do zaniku zmętnienia. Dodać ok. 50 mg *rozciekarki oranżu ksylenolowego OD* i miareczkować *roztworem edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* do zmiany zabarwienia z różowawofioletowego na żółte.

1 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 20,90 mg Bi.

WAPŃ

Przenieść podany roztwór do kolby stożkowej poj. 500 mL i uzupełnić *wodą OD* do 300 mL. Dodać 6,0 mL *stężonego roztworu wodorotlenku sodu OD* i ok. 200 mg *rozciekarki kwasu kalikonokarboksyłowego OD*. Miareczkować *roztworem edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* do zmiany zabarwienia z fioletowego na ciemnoniebieskie.

1 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 4,008 mg Ca.

MAGNEZ

Przenieść podany roztwór do kolby stożkowej poj. 500 mL i uzupełnić *wodą OD* do 300 mL. Dodać 10 mL *roztworu buforowego chlorku amonowego o pH 10,0 OD* i ok. 50 mg *rozciekarki czerni eriochromowej 11 OD*. Ogrzać do temperatury ok. 40°C i miareczkować w tej temperaturze *roztworem edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* do zmiany zabarwienia z fioletowego na ciemnoniebieskie.

1 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 2,431 mg Mg.

OŁÓW

Przenieść podany roztwór do kolby stożkowej poj. 500 mL i uzupełnić *wodą OD* do 200 mL. Dodać ok. 50 mg *rozciekarki oranżu ksylenolowego OD* i *heksametylenotetraminy OD* do uzyskania fioletoworóżowego zabarwienia roztworu. Miareczkować *roztworem edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* do zmiany zabarwienia z fioletoworóżowego na żółte.

1 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 20,72 mg Pb.

CYNK

Przenieść podany roztwór do kolby stożkowej poj. 500 mL i uzupełnić *wodą OD* do 200 mL. Dodać ok. 50 mg *rozciekarki oranżu ksylenolowego OD* i *heksametylenotetraminy OD* do uzyskania fioletoworóżowego zabarwienia roztworu. Dodać w nadmiarze 2 g *heksametylenotetraminy OD*. Miareczkować *roztworem edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* do zmiany zabarwienia z fioletoworóżowego na żółte.

1 mL *roztworu edetynianu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 6,54 mg Zn.

07/2015:20512

2.5.12. WODA – OZNACZANIE W SKALI PÓLMIKRO

Oznaczenie wody w skali półmikro polega na ilościowej reakcji wody z dwutlenkiem siarki i jodem, w odpowiednim bezwodnym środowisku, w obecności zasady o wystarczającej pojemności buforowej.

Aparatura

Aparatura składa się z naczynia do miareczkowania z:
– 2 jednakowymi elektrodami platynowymi;