

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Sole fosforowe Oznaczanie zawartości siarczanów	6016-42/07
		Zamiast BN-82/6016-42/07
		Grupa katalogowa 1019

BN-89/6016-42/07 (eqv CT CЭB 2524-80)¹⁾

1. WSTĘP

Przedmiotem arkusza normy są metody oznaczania zawartości siarczanów w solach fosforowych:

- turbidymetryczna,
- wagowa.

Przy zawartościach siarczanów powyżej 0,1%(m/m) w analizach rozjemczych oznaczanie należy wykonać metodą wagową.

2. METODA TURBIDYMETRYCZNA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na porównaniu intensywności zmętnienia roztworu badanego, powstałego w wyniku reakcji jonu siarczanowego z chlorkiem barowym, z intensywnością przygotowanego w ten sam sposób roztworu porównawczego o znanej zawartości siarczanów.

2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,19) i roztwór 10%(m/m).
- b) Amoniak, roztwór 10%(m/m).
- c) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).
- d) Gliceryna.

e) Siarczany, roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: sporządzić roztwór siarczanów o stężeniu $\text{SO}_4^{2-} = 1 \text{ mg/ml}$ wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.55. 50,0 ml tego roztworu odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml roztworu wzorcowego zawiera 0,05 mg SO_4^{2-} . Roztwór ten należy przygotować w dniu jego użycia.

2.3. Wykonanie oznaczania. W zależności od dopuszczalnej zawartości siarczanów w badanym produkcie, odważyć z dokładnością do 0,001 g taką ilość próbki,

aby zawartość siarczanów w odważce wynosiła $1 \div 10 \text{ mg}$. Odważkę rozpuścić w około 100 ml wody w zlewce pojemności 400 ml oraz dodać kwasu solnego (1,19) w ilości (V_1) obliczonej w mililitrach wg wzoru

$$V_1 = (3 + m) \quad (1)$$

w którym m — liczba gramów odważki.

Zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym, roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie przez 15 min. Następnie roztwór ostudzić i zneutralizować roztworem amoniaku do pH 4 wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego. Roztwór ostudzić ponownie do temperatury około 20°C, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Jeżeli otrzymany roztwór byłby mętny, przesączyć go przez twardy sącdek do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu (około 20 ml).

W celu przygotowania roztworu badanego odmierzyć 10,0 ml roztworu próbki do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 20 ml, dodać 2 ml roztworu kwasu solnego 10%(m/m), 2 ml gliceryny oraz 3 ml roztworu chlorku barowego i mieszać przez 30 s.

W ten sam sposób, w drugim cylindrze kolorymetrycznym tej samej pojemności, sporządzić roztwór porównawczy, używając tych samych odczynników i odmierzając roztwór wzorcowy siarczanów w ilości (V_2) obliczonej w milimetrach wg wzoru

$$V_2 = \frac{m \cdot 1000 \cdot x \cdot 10}{100 \cdot 200 \cdot 0,05} = 10 \cdot m \cdot x \quad (2)$$

w którym:

m — masa odważki próbki, g,

x — dopuszczalna zawartość siarczanów w badanym produkcie wg normy przedmiotowej, %.

¹⁾ W zakresie rozdz. 3.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

Po upływie 30 min porównać intensywność zmętnienia roztworu badanego i roztworu porównawczego na ciemnym tle, patrząc z góry.

Dopuszcza się porównanie absorbancji roztworu badanego i roztworu porównawczego za pomocą spektrofotometru przy długości fali 490 nm.

2.4. Wynik końcowy oznaczania. Zmętnienie roztworu badanego nie powinno być bardziej intensywne od zmętnienia roztworu porównawczego.

3. METODA WAGOWA

3.1. Zasada metody. Metoda polega na wytrąceniu osadu siarczanu barowego chlorkiem barowym w środowisku kwaśnym, odsączeniu osadu i wyprażeniu w temperaturze $800 \pm 30^\circ\text{C}$ do stałej masy.

3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,19).

b) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).

c) Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

3.3. Aparatura

a) Tygla porcelanowe wyprażone do stałej masy w temperaturze $800 \pm 30^\circ\text{C}$ i zważone z dokładnością do 0,0002 g.

b) Piec z regulacją temperatury w zakresie $800 \pm 30^\circ\text{C}$.

3.4. Wykonanie oznaczania

a) Przy zawartości siarczanów w próbce $0,5 \div 4\%(m/m)$ odważyć 10 g próbki z dokładnością do 0,001 g. Odważkę rozpuścić w około 150 ml wody w zlewce pojemności 400 ml, dodać 12,5 ml kwasu solnego. Zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym, roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie przez 15 min. Następnie roztwór ostudzić i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Jeżeli otrzymany roztwór byłby mętny, należy go przesączyć przez twardy sącdek do suchego naczynia.

Do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć 50,0 ml roztworu próbki, rozcieńczyć wodą do objętości 200 ml,

dodać 7,5 ml kwasu solnego i ogrzać do wrzenia. Następnie do gorącego roztworu dodać powoli 20 ml gorącego roztworu chlorku barowego i dalej utrzymywać roztwór w stanie bliskim wrzenia przez 5 min. Roztwór wraz z wytrąconym osadem pozostawić na co najmniej 12 h (lub na noc) w temperaturze pokojowej, po czym przesączyć przez twardy sącdek bezpopiołowy. Sącdek z osadem przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z roztworem azotanu srebrowego daje wynik negatywny), następnie przenieść do tygla porcelanowego, spopielić i osad wyprażyć w temperaturze $800 \pm 30^\circ\text{C}$ do stałej masy oraz zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

b) Przy zawartości siarczanów w próbce $0,1 \div 0,5\%(m/m)$, postępować wg sposobu podanego w poz. a) z tym, że po zakończeniu hydrolizy (ewentualnie po przesączeniu roztworu, jeżeli byłby on mętny), do wrzącego roztworu próbki dodać wprost gorącego roztworu chlorku barowego.

Zawartość siarczanów SO_4^{2-} (X) obliczyć w procentach wg wzorów:

— przy wykonywaniu oznaczania sposobem wg poz. a)

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4116 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 205,8}{m} \quad (3)$$

— przy wykonywaniu oznaczania sposobem wg poz. b)

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4116 \cdot 100}{m} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 41,16}{m} \quad (4)$$

w których:

m_1 — masa tygla z osadem, g,

m_2 — masa tygla, g,

m — masa odważki próbki, g,

0,4116 — współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na SO_4^{2-} .

3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przewyższa 10% wyniku niższego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-82/6016-42/07. W zakresie metody turbidymetrycznej:

a) zmieniono zakres stosowania metody na $0,01 \div 2\%(m/m)$, zamiast $0,005 \div 0,05\%(m/m)$,

b) w wykonaniu oznaczania wprowadzono hydrolizę fosforanów skondensowanych oraz dodatek gliceryny jako stabilizatora zawiesiny BaSO_4 ,

c) dopuszczono porównanie intensywności zmętnienia roztworu badanego i porównawczego za pomocą spektrofotometru.

W zakresie metody wagowej:

a) rozszerzono zakres stosowania metody: $0,1 \div 4\%(m/m)$,

b) podano dwa warianty przygotowania roztworu próbki do oznaczania w zależności od przewidywanej zawartości siarczanów.

3. Normy związane

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorimetrii i nefelometrii.

4. Normy międzynarodowe i zagraniczne

RWPG CT CЭВ 2524-80 Неорганические соединения фосфора.

Методы определения содержания сульфатов

ZSRR ГОСТ 13493-86 Натрия триполифосфат. Технические условия

5. Różnice między normą branżową a normą RWPG. Metoda wagowa oznaczania zawartości siarczanów wg rozdz. 3 niniejszej normy jest zgodna z metodą wagową wg CT CЭВ 2524-80, z małymi rozbieżnościami technicznymi:

a) przyjęto stosowanie metody przy $0,5 \div 4\%(m/m)$ zamiast $0,2 \div 4\%(m/m)$ i odpowiednio $0,1 \div 0,5\%(m/m)$ zamiast $0,02 \div 0,2\%(m/m)$,

b) zalecono sączyć osad BaSO_2 przez sącdek z twardej bibuły do sączenia zamiast sączenia przez tygiel ze spiekem szklanym,

c) podano sposób sprawdzenia obecności chlorków podczas przemysywania osadu.

6. Autor projektu normy — mgr inż. Anna Milińska — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.