

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki	6191-101
	Tlenek ołowiuo-ołowiowy	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest tlenek ołowiuo-ołowiowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Tlenek ołowiuo-ołowiowy ma:

- a) wzór chemiczny: Pb_3O_4 ,
- b) masę cząsteczkową: 685,63.

1.2. Normy związane

PN-68/C-04502 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości węglanów metodą destylacyjną

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów 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/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki tlenku ołowiuo-ołowiowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia tlenku ołowiuo-ołowiowego czystego:

TLENEK OŁOWIAWO - OŁOWIOWY cz. BN-71/6191-101
SWW 1331-434

¹⁾ Symbole wg SWW: 1331-111 i 1331-434.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Tlenek ołowiuo-ołowiowy powinien mieć postać sypkiego proszku barwy czerwonej, rozpuszczalnego w kwasie azotowym i octowym z dodatkiem nadtlenu wodoru oraz w gorącym kwasie solnym z wydzielaniem się chloru.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
1	2	3
a) Tlenku ołowiuo-ołowiowego (Pb_3O_4), %, nie mniej niż	98,0	95,0
b) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05	0,3
c) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym, %, nie więcej niż	0,03	0,3
d) Manganu (Mn), %, nie więcej niż	0,0001	0,001
e) Chlorków (Cl), %, nie więcej niż	0,002	—
f) Siarczanów (SO_4), %, nie więcej niż	0,005	—
g) Azotanów (NO_3), %, nie więcej niż	0,005	—
h) Węgla w postaci węglanów (CO_3), %, nie więcej niż	0,005	0,04
Wyniki analizy chemicznej w zestawieniu z wartościami podanymi w tablicy należy zaokrąglić zgodnie z PN-70/N-02120.		

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

Tlenek ołowiuo-ołowiowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych „Metale”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych „Metale”
dnia 16 sierpnia 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1972 r.
(Mon. Pol. nr 58/1971 poz. 379)

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub tekturową.

Masa opakowania netto: 500 g.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inną wielkość opakowania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości tlenku ołowiuo- -ołowiowego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 50-procentowy,
b) Octan sodowy cz.d.a., roztwór: 600 g octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

d) Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.

e) Skrobia, roztwór: 5 g skrobi rozpuszczalnej i 10 mg jodku rtęciowego cz.d.a., wymieszać z 30 cm³ wody w celu otrzymania jednolitej papki. Następnie wlać tę zawiesinę do 1000 cm³ gotującej się wody. Gotować przez 3 min, po czym odstawić do ochłodzenia.

f) Jodek potasowy cz.d.a. krystaliczny.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 1 g próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³. Do próbki dodać w następującej kolejności: 30 cm³ roztworu tiosiarczanu sodowego, 50 cm³ roztworu octanu sodowego i 25 cm³ roztworu kwasu octowego. Całość wytrząsać aż do całkowitego rozpuszczenia próbki, rozcierając zbrylone cząsteczki pręcikiem szklanym. Jeżeli pozostałość próbki rozpuszcza się trudno, dodać trochę jodku potasowego, nie więcej jednak niż 0,5 g. Gdy tlenki ołowiu zupełnie rozpuszczą się (z wyjątkiem części nierozpuszczalnych), odmiareczkować nadmiar tiosiarczanu sodowego roztworem jodu w obecności 1 ÷ 2 cm³ roztworu skrobi. Miareczkowanie prowadzić do momentu pojawienia się niebieskiego zabarwienia.

Równolegle z oznaczaniem wykonać ślepą próbę.

Zawartość tlenku ołowiuo-ołowiowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,03428}{m} \cdot 100$$

w którym:

V — objętość roztworu jodu zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,

V₁ — objętość roztworu jodu zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

0,03428 — ilość tlenku ołowiuo-ołowiowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu jodu, g,

m — odważka próbki, g.

Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,2%.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 10 g próbki w przypadku gatunku cz. oraz 25 g w przypadku gatunku cz.d.a. z dokładnością do 0,001 g i umieścić w kolbie stożkowej pojemności 500 cm³. Dodać około 200 cm³ wody, gotować przez 15 min, a następnie ochłodzić do temperatury pokojowej. Zawartość kolby przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Po odstaniu osadu, roztwór ostrożnie przesączyć przez podwójnie złożony sącdek ilościowy, odrzucając pierwsze 25 cm³ przesączu. 100 cm³ przesączu przenieść do parownicy kwarcowej lub platynowej uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C i zważonej z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość parownicy odparować na łaźni wodnej, a następnie suszyć w temperaturze 100 ÷ 105°C do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a_1 - a_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

a₁ — masa parownicy z osadem, g,

a₂ — masa parownicy bez osadu, g,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4), roztwór 1+2.

b) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 10 g próbki w przypadku gatunku cz. i 25 g w przypadku gatunku cz.d.a., odważonej z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w zlewce pojemności 400 cm³ w 50 cm³ roztworu kwasu azotowego, dodając kroplami roztworu nadtlenu wodoru aż do całkowitego rozpuszczenia się próbki. Do roztworu dodać 100 cm³ gorącej wody, wymieszać, po czym

przesączyć przez tygiel szklany G4 wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g i przemyć gorącą wodą. Osad wysuszyć w suszarce w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 - a_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

- a_1 — masa tygla z osadem, g,
- a_2 — masa tygla bez osadu, g,
- m — odważka próbki, g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości manganu

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina kwasów: 100 cm³ kwasu azotowego (1,4) cz.d.a. umieścić w zlewce pojemności 2000 cm³, dodać 70 cm³ kwasu ortofosforowego (1,05) cz.d.a. i 830 cm³ wody, ogrzać do wrzenia. Ostrożnie gotować przez 10 min do odpędzenia tlenków azotu i ochłodzić.

b) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

c) Nadsiarczan amonowy cz.d.a.

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

e) Roztwór wzorcowy manganu (Mn^{2+}) przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1+99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Mn^{2+} .

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1 g próbki odważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce pojemności 150 cm³ i rozpuścić na gorąco w 10 cm³ mieszaniny kwasów z dodatkiem kilku kropli roztworu nadtlenku wodoru. Po rozpuszczeniu się próbki gotować 5 min w celu wypędzenia nadmiaru nadtlenku wodoru. Następnie dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra, 1 g nadsiarczanu amonowego, wymieszać i ogrzewać na łaźni wodnej przez 10 min. Roztwór ochłodzić, odsączyć wydzielony siarczan ołowiu, przemywając osad zimną wodą. Przesącz przelać do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³ i dopełnić wodą do kreski.

Równocześnie przygotować roztwór porównawczy zawierający te same ilości odczynników jak w badanej próbce oraz: dla odczynnika cz.d.a. — 0,001 mg Mn^{2+} , dla odczynnika cz. — 0,01 mg Mn^{2+} , ogrzać na łaźni wodnej przez 10 min i ochłodzić.

Badany tlenek ołowiu-łowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu dwóch równoległych oznaczeń jest mniej intensywne albo równe zabarwieniu roztworu porównawczego.

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4) cz.d.a., roztwór 1+3.

b) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

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

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1+99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5 g próbki odważonej z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić na gorąco w 25 cm³ roztworu kwasu azotowego z dodatkiem kilku kropli roztworu nadtlenku wodoru. Gotować około 5 min w celu wypędzenia nadmiaru nadtlenku wodoru. Roztwór oziębić, przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Odmierzyć 20 cm³ roztworu do cylindra Nesslera pojemności 25 cm³, dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Równocześnie przygotować roztwór porównawczy zawierający w tej samej objętości 1 cm³ roztworu kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu azotanu srebra oraz 0,02 mg Cl^- (2 cm³ roztworu wzorcowego).

Intensywność zmętnienia roztworu badanego i porównawczego porównać po upływie 20 min (roztwory przechowywać w ciemności) na ciemnym tle, patrząc z boku.

Badany tlenek ołowiu-łowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane zmętnienie dwóch równoległych oznaczeń jest mniejsze albo równe zmętnieniu roztworu porównawczego.

5.2.6. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4), roztwór 1+3.

b) Azotan barowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

c) Wzorcowy roztwór siarczanów przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1+99.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 20 cm³ roztworu, przygotowanego wg 5.2.5.2, odmierzyć do cylindra Nesslera pojemności 50 cm³, dodać 5 cm³ roztworu azotanu barowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Równocześnie przygotować roztwór porównawczy zawierający w tej samej objętości 1 cm³ roz-

tworu kwasu azotowego, 5 cm³ roztworu azotanu barowego oraz 0,05 mg SO₄²⁻ (5 cm³ roztworu wzorcowego).

Intensywność zmętnienia roztworu badanego i porównawczego porównać po upływie 15 min na ciemnym tle, patrząc z boku. Badany tlenek ołowiawo-ołowiowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane zmętnienie dwóch równoległych oznaczeń jest mniejsze albo takie jak zmętnienie roztworu porównawczego.

5.2.7. Oznaczanie zawartości azotanów. 5 g próbki odważonej z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 200 cm³, dodać 50 cm³ wody i gotować około 5 min. Po ochłodzeniu przesą-

czyć do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Odmierzyć 10 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 100 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04509. Do roztworu porównawczego dodać 0,05 mg NO₃⁻.

5.2.8. Oznaczanie zawartości węglanów należy wykonać wg PN-68/C-04502 p. 2.3 i 2.4, stosując odważkę 1 g dla gatunku cz. i 5 g dla gatunku cz.d.a.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,25 mg CO₃²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,4 mg CO₃²⁻.

K O N I E C