

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Odczynniki	6191-28
	Chlorek żelazawy uwodniony	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek żelazawy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek żelazawy ma:

a/ wzór chemiczny - $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

b/ ciężar cząsteczkowy - 198,83.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku żelazawego uwodnionego oznaczane:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia chlorku żelazawego gatunku cz.d.a.:

CHLOREK ŻELAZAWY UWODNIONY cz.d.a. BN-64/6191-28

1.4. Normy związane

PN/C-04511 Odczynniki. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-58/C-04527 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie azotu w produktach chemicznych metodą destylacyjną

PN/C-06500 Odczynniki. Przyrządzanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Chlorek żelazawy uwodniony powinien mieć postać drobnych niebieskozielonych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu; łatwo ulatnia się i jest higroskopijny.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a/ Zawartość chlorku żelazawego uwodnionego ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), %, w granicach	99÷102,0	99÷105

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 1 października 1964 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 27 stycznia 1965 r.

(Mon. Pol. nr 5/1965 poz. 17)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
b/ Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01
c/ Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,2	0,3
d/ Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,01	0,02
e/ Zawartość azotu ogólnego (N), %, najwyżej	0,001	0,002
f/ Zawartość cynku (Zn^{2+}), %, najwyżej	0,003	0,01
g/ Zawartość miedzi (Cu^{2+}), %, najwyżej	0,002	0,01
h/ Zawartość manganu (Mn^{2+}), %, najwyżej	0,005	0,01
i/ Zawartość metali alkalicznych, wapnia i magnezu (w postaci siarczanów), %, najwyżej	0,05	0,1
j/ Arsenu (As), %, najwyżej	0,0005	0,0005

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Chlorek żelazawy uwodniony należy pakować i znakować zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania wg p. 2.2 b/ typ laboratoryjny - wypełnione gazem obojętnym, rodzaj zamknięcia wg p. 2.3.1.1. Masa netto: gatunek cz.d.a. - 250, 500 i 1000 g.

gatunek cz. - 250, 500 i 1000 g.
Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

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

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzanie tożsamości. 2 g badanego chlorku żelazawego uwodnionego rozpuścić w 2 ml wody. Otrzymany roztwór, badany w oddzielnych próbkach, daje następujące reakcje:

a/ po dodaniu roztworu wodorotlenku potasowego wytrąca się brudnozielony osad wodorotlenku żelazawego;

b/ po dodaniu roztworu żelazicyjanku potasowego wytrąca się ciemnoniebieski koloidalny osad żelazicyjanku żelazawo-żelazowego zwanego błękitem Turnbulla;

c/ po dodaniu roztworu azotanu srebra wytrąca się biały serowaty osad chlorku srebra, nierozpuszczalny w kwasie azotowym, rozpuszczalny w amoniaku.

4.2.2. Oznaczanie zawartości chlorku żelazawego ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a/ Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

b/ Mieszanina Reinhardta przygotowana wg PN/C-06501.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. $0,8 \div 0,9$ g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w kolbie stożkowej wypełnionej dwutlenkiem węgla i rozpuścić w wodzie świeżo przegotowanej i wysyczonej dwutlenkiem węgla. Do roztworu dodać 8 ml mieszaniny Reinhardta i miareczkować w strumieniu dwutlenku węgla roztworem nadmanganianu potasowego.

Zawartość $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$x = \frac{V \cdot N \cdot 0,19883}{m} \cdot 100\% = \frac{19,883 \cdot V \cdot N}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, ml,

N - normalność roztworu nadmanganianu potasowego,

m - odważka badanego chlorku żelazawego, g,

0,19883 - ilość chlorku żelazawego uwodnionego odpowiadająca 1 ml ściśle 1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w zlewce w 300 ml wody zakwaszonej 5 ml kwasu solnego cz.d.a. (1,12) i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany chlorek żelazawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,

dla odczynnika cz. - 6 mg.

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

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny cz.d.a. (1,12).

b/ Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c/ Alkohol izoamylowy cz.d.a.

d/ Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w cylindrze pomiarowym pojemności 100 ml wypełnionym dwutlenkiem węgla i rozpuścić w 100 ml wody, wygotowanej w ciągu 2 godz i oziębionej w strumieniu dwutlenku węgla. Następnie pobrać pipetą 2 ml otrzymanego roztworu, dodać 15 ml wody, 1 ml kwasu solnego i 2 ml roztworu rodanku amonowego, 5 ml alkoholu izoamylowego i dobrze wymieszać.

Badany chlorek żelazawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe czerwone zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,06 mg Fe^{3+} .

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

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny cz.d.a. 1,12.

b/ Kwas azotowy cz.d.a. 1,4.

c/ Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d/ Woda amoniakalna.

e/ Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

f/ Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku żelazawego uwodnionego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody destylowanej, dodać 2 ml kwasu azotowego i ogrzać do wrzenia. Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 150 ml, ciągle mieszając, dodać 10 ml roztworu amoniaku (0,91) i uzupełnić wodą objętość roztworu do 200 ml. Po opadnięciu osadu odsączyć 100 ml roztworu, dodać 0,5 g bezwodnego węglanu sodowego i odparować do sucha. Pozostałość wysuszyć, następnie lekko wyprażyć do odpędzenia soli amonowych i rozpuścić w 15 ml wody, a w razie potrzeby przesączyć. Otrzymany roztwór zobojętnić kwasem solnym i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04519. Roztwór wzorcowy przygotować w następujący sposób: odparować 1 ml kwasu azotowego i 5 ml roztworu amoniaku z 0,5 g bezwodnego węglanu sodowego i postępować dalej jak z próbką badaną. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,10 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,20 mg SO_4^{2-} .

4.2.6. Oznaczanie zawartości ogólnego azotu (N)

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a/ Odczynnik Nesslera, przygotowany wg PN/C-06501.

b/ Roztwór wzorcowy zawierający azot, przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg N.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 90 ml wody w kolbie aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczenie wg PN-58/C-04527, p. 2.3 na aparacie B.

Do roztworów porównawczych dodać:

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

dla odczynnika cz. - 0,04 mg N.

4.2.7. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a/ Chlorek amonowy cz.d.a.

b/ Kwas solny cz.d.a. (1,12).

c/ Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

d/ Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

e/ Żelazocyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy, świeżo przygotowany.

f/ Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Zn^{2+} .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 40 ml wody, dodać 2,5 ml kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia i gotować przez 2 min. Po oziębieniu roztworu dodać 2 g chlorku amonowego i energicznie mieszając, 15 ml roztworu amoniaku. Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 80 ml i pozostawić na 1 godz do opadnięcia osadu. Po upływie tego czasu odsączyć 40 ml roztworu, odparować do objętości 20 ml, zobojętnić kwasem solnym i dodać 1 ml nadmiaru, po czym dodać 0,3 ml świeżo przygotowanego roztworu żelazocyjanku potasowego i pozostawić na 15 min.

Badany chlorek żelazawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości 1 ml kwasu solnego, 0,5 ml roztworu żelazocyjanku potasowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Zn^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,1 mg Zn^{2+} .

4.2.8. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a/ Siarkowodór.

b/ Kwas solny cz.d.a. (1,12).

c/ Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

d/ Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

e/ Alkohol izoamylowy cz.

f/ Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.

g/ Roztwór wzorcowy, zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cu^{2+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 40 ml wody, dodać 2 ml kwasu solnego, 0,5 g cytrynianu amonowego i wysycić siarkowodorem. Roztwór pozostawić na 24 godz, następnie powstały osad odsączyć przez bezpopiołowy sączeek i przemyć wodą nasyconą siarkowodorem. Sączeek z osadem spopielić, popiół zadać 2 ml kwasu azotowego, odparować do sucha, zadać 4 ml kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 10 ml wody i 1 ml kwasu solnego, po czym dodać 4 ml roztworu amoniaku i ogrzać na łaźni wodnej do słabego zapachu amoniaku.

Roztwór przesączyć i osad na sączeeku przemyć kilka razy wodą. Przesącz wraz z wodami z przemycia rozcieńczyć do objętości 100 ml. 10 ml otrzymanego roztworu dla odczynnika cz.d.a. i 5 ml dla odczynnika cz. pobrać pipetą do cylindra pomiarowego z doszlifowanym korkiem pojemności 50 ml, dodać 15 ml wody, 5 ml amoniaku, 1 ml dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, 10 ml alkoholu izoamylowego, mocno wytrząsnąć i zostawić do rozdzielenia się warstw.

Badany chlorek żelazawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy alkoholu izoamylowego w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholu izoamylowego w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie, a zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,004 mg Cu^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,01 mg Cu^{2+} .

4.2.9. Oznaczanie zawartości manganu (Mn^{2+})

4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a/ Woda utleniona cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

b/ Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., roztwór nasycony.

c/ Kwas solny cz.d.a. (1,12).

d/ Octan sodowy cz.d.a.

e/ Kwas siarkowy cz.d.a. 1,11.

f/ Kwas fosforowy cz.d.a. stężony.

g/ Nadsiarczan amonowy cz.d.a.

h/ Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

i/ Roztwór wzorcowy zawierający jony Mn^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mn^{2+} .

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 10 ml wody utlenionej i ogrzewać

roztwór do utlenienia żelaza i rozłożenia nadmiaru wody utlenionej. Następnie rozcieńczyć wodą do objętości 150 ml, dodać roztworu węglanu sodowego do wystąpienia zmętnienia, po czym dodać kilka kropli kwasu solnego (1,12) do wyklarowania. Do roztworu dodać 5 g octanu sodowego i ogrzewać do wrzenia. Po ochłodzeniu rozcieńczyć wodą do objętości 200 ml, wymieszać i przesączyć 100 ml przesączu odparować do sucha. Pozostałość odparować trzykrotnie z 5 ml kwasu siarkowego. Suchą pozostałość rozpuścić w 20 ml wody, dodać 2 ml kwasu fosforowego, 2 ml roztworu azotanu srebra i ogrzać do wrzenia i dodać 2 g nadsiarczanu amonowego.

Badany chlorek żelazawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe różowofioletowe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Mn^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,05 mg Mn^{2+} .

4.2.10. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych; wapnia i magnezu / w postaci siarczanów/

4.2.10.1. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- b/ Siarczek amonowy nie zawierający dwutlenku węgla, przygotowany wg PN/C-06501.
- c/ Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy, przygotowany wg PN/C-06501, nie zawierający dwutlenku węgla.

4.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody. Do roztworu dodać 5 ml amoniaku i roztworu siarczku amonowego do całkowitego wytrącenia żelaza. Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 200 ml i pozostawić do odstania. Następnie zdekantować przez sączek 100 ml roztworu. Do przesączu dodać 1 ml kwasu siarkowego, odparować do sucha w zwężonej parownicy i pozostałość wyprażyć do stałej masy.

Badany chlorek żelazawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,
dla odczynnika cz. - 5 mg.

4.2.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As). 1 g badanego chlorku żelazawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN/C-04511. Do roztworów porównawczych dodać dla odczynnika cz.d.a. i cz. - 0,005 mg As.

4.3. Oznaczanie kationów innymi metodami. Dopuszcza się oznaczanie ilościowe kationów metodą spektrograficzną.

K O N I E C