

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68 6191-85
	Odczynniki Fluorek sodowy	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fluorek sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fluorek sodowy ma:

- a) wzór chemiczny - NaF,
- b) ciężar cząsteczkowy - 41,997 (1962 r.).

1.2. Normy związane

PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie 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. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki fluorku sodowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia fluorku sodowego czystego do analizy:

FLUOREK SODOWY cz.d.a. BN-68/6191-85

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fluorek sodowy powinien mieć postać białego krystalicznego proszku trudno rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Fluorku sodowego (NaF), %, nie mniej niż,	98	96
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05	0,1
c) Chlorków (Cl ⁻), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %, nie więcej niż	0,04	0,1

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb ²⁺), %, nie więcej niż	0,002	0,005
f) Żelaza (Fe ³⁺), %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Kwasowość w przeliczeniu na fluorowodor, %, nie więcej niż	0,2	0,5
h) Alkaliczność w przeliczeniu na węglan sodowy, nie więcej niż, %	1	1,5
i) Krzemu (Si), %, nie więcej niż	0,05	0,1

4. PAKOWANIE I PRZECCHOWYWANIE

Fluorek sodowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Produkt należy pakować w słoiki szklane oranżowe, wewnątrz parafinowane lub w słoiki z tworzyw sztucznych. Oba rodzaje opakowań powinny mieć zamknięcie z tworzywa sztucznego na gwint.

Masa netto: 100 g, 250 g, 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 100 g. Próbkę należy przechowywać w przeciągu 3 miesięcy. W przypadku eksportu czas przechowywania próbki powinien wynosić 6 miesięcy.

5.2. Rodzaje badań**5.2.1. Oznaczanie zawartości fluorku sodowego (NaF)****5.2.1.1. Odczynniki i roztwory**

a) Ałun glinowo-potasowy [KAl(SO₄)₂ · 12H₂O] cz.d.a., roztwór: 39,5325 g ałunu glinowo-potasowego rozpuścić w gorącej wodzie. Po ostudzeniu przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i dopełnić do kreski wodą o temperaturze 20°C. Nastawić miano roztworu na fluorek sodowy cz.d.a. dwukrotnie przekrystalizowany z wody

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 1 marca 1968 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1968 r.
(Mon. Pol. nr 23/1968 poz. 152)

i wysuszony w temperaturze 105°C; przyjąć jego czystość za 99,8% lub 99,9%.

b) Chlorek sodowy cz.d.a.

c) Czerwień metylowa, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

d) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

e) Kwas solny, roztwór 0,1n.

f) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1n.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,2 g badanej próbki zważonej z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 30 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 250 ml. Dodać 30 g chlorku sodowego, 3-4 krople fenoloftaleiny i zobojętnić roztwór w zależności od odczynu roztworem kwasu solnego lub wodorotlenku sodowego. Na dnie kolby powinna zostać niewielka ilość chlorku sodowego. Zobojętniony roztwór ogrzać do temperatury 70 ÷ 80°C, dodać kilka kropli czerwieni metylowej i miareczkować roztworem alunu glinowo-potasowego do wystąpienia różowego zabarwienia. Równolegle wykonać ślepą próbę miareczkując roztwór wodny zawierający 30 g chlorku sodowego wobec czerwieni metylowej roztworem alunu glinowo-potasowego.

Zawartość fluorku sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,021 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość roztworu alunu glinowo-potasowego zużytego do miareczkowania badanej próby, ml,

V_1 - objętość roztworu alunu glinowo-potasowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,

m - odważka badanej próbki, g,

0,021 - ilość fluorku sodowego ściśle odpowiadająca 1 ml 0,5n roztworu alunu glinowo-potasowego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,3%.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 5 g fluorku sodowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w parownicy platynowej w 200 ml wody destylowanej. Roztwór grzać w ciągu 1 godz na łaźni wodnej, następnie przesączyć przez wysuszony do stałej masy i zważony szklany tygiel G4. Zawartość tygla przeemyć gorącą wodą, po czym tygiel z pozostałością wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

m_1 - masa wysuszonej pozostałości, g,

m - odważka badanego fluorku sodowego, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,01%.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas borowy cz.d.a., roztwór 2,8-procentowy.

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

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

d) Roztwór wzorcowy chlorku (Cl^-), przygotowany wg PN/C-06500, rozcieńczony przed użyciem w stosunku 1 : 99. 1 ml roztworu zawiera 0,01 mg Cl^-

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g fluorku sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 25 ml roztworu kwasu borowego, dodać 10 ml wody i przesączyć do cylindra kolorymetrycznego przez sączek dokładnie przemyty wodą do zaniku reakcji na jony chlorkowe. Do przesączu dodać 1 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany fluorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze nie będzie silniejsza po 20 min niż opalizacja równocześnie przygotowanego roztworu wzorcowego, zawierającego w tej samej objętości 25 ml roztworu kwasu borowego, 1 ml kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Cl^-

dla odczynnika cz. - 0,1 mg Cl^-

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

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g fluorku sodowego w parownicy platynowej z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody i 25 ml kwasu solnego, a następnie odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozostałość zwilżyć 5 ml kwasu solnego, rozpuścić w niewielkiej ilości wody i odparować ponownie do sucha. Następnie suszyć w temperaturze 120°C w ciągu 2 godz, ponownie zwilżyć 5 ml kwasu solnego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Pozostałość rozpuścić w 50 ml wody, dodać 1 ml kwasu solnego, przesączyć i sączek przeemyć taką ilością gorącej wody, aby całkowita objętość przesączu i wody z przemywania wynosiła 100 ml.

Przesącz ogrzewać do wrzenia, dodać 5 ml roztworu chlorku barowego i pozostawić na 18 ÷ 20 godz. Wydzielony osad odsączyć przez twardy sączek, przeemyć wodą do zaniku reakcji na jony Cl^- i wyprażyć w temperaturze 800°C do stałej masy.

Zawartość siarczianów (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 0,4115 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- m_1 - masa wypróżnionego osadu, g,
- m - odważka badanego fluorku sodowego, g,
- 0,4115 - mnożnik do przeliczenia masy BaSO_4 na masę SO_4^{2-} .

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,01%.

5.2.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb^{2+})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas borowy cz.d.a., roztwór wodny 2,8-procentowy.
- b) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- d) Woda siarkowodorowa, świeżo przygotowana wg PN/C-06501.
- e) Roztwór wzorcowy ołowiu przygotowany wg PN/C-06500, rozcieńczony w stosunku 1 : 99. 1 ml roztworu zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g badanego fluorku sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w mieszaninie 25 ml kwasu borowego i 15 ml wody. Roztwór zubożyć ostrożnie wobec papierka uniwersalnego odmierzoną ilością wody amoniakalnej, dodać 0,5 ml kwasu octowego lodowatego i 10 ml wody siarkowodorowej.

Badany fluorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze po 10 min niż zabarwienie przygotowanego równocześnie roztworu wzorcowego, zawierającego w tej samej objętości 25 ml kwasu borowego taką samą ilość wody amoniakalnej jak w próbce badanej, 0,5 ml kwasu octowego, 10 ml wody siarkowodorowej oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,05 mg Pb^{2+} .

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- b) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Roztwór wzorcowy żelaza przygotowany wg PN/C-06500 rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 ml roztworu zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g badanego fluorku sodowego z dokładnością do 0,01 g, zwilżyć w parownicy platynowej 2 ml kwasu siarkowego i po 15 min ogrzewać na łaźni wodnej i pias-

kowej do odparowania kwasu siarkowego. Pozostałość po ostygnięciu rozpuścić w wodzie, przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić objętość wodą do kreski i dobrze wymieszać. Do cylindra kolorymetrycznego pobrać pipetą 20 ml otrzymanego roztworu, dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, zubożyć roztworem wody amoniakalnej wobec papierka uniwersalnego, uzupełnić objętość roztworu do 30 ml, dodać jeszcze 5 ml wody amoniakalnej i wymieszać.

Badany fluorek sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze, niż zabarwienie przygotowanego równocześnie roztworu wzorcowego, zawierającego w tej samej objętości 2 ml kwasu sulfosalicylowego i taką samą ilość amoniaku jak w próbce badanej oraz dla:

- odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,
- odczynnika cz. - 0,02 mg Fe^{3+} .

5.2.7. Oznaczanie kwasowości w przeliczeniu na fluorowodor

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan potasowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1n.
- c) Fenoloftaleina cz.d.a., 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- d) Woda destylowana nie zawierająca CO_2 przygotowana wg PN/C-06501.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g badanego fluorku sodowego z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w parownicy platynowej w 40 ml wody. Do roztworu dodać 10 ml roztworu azotanu potasowego, oziębć do temperatury 0°C i dodać następnie 3 krople roztworu fenoloftaleiny.

Jeżeli nie wystąpi różowe zabarwienie, miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego, aż powstanie różowe zabarwienie roztworu będzie utrzymywać się w ciągu 15 sek w temperaturze nie przekraczającej 5°C .

Zawartość fluorowodoru (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,0020 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

- V - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,
- m - odważka badanej próbki, g,
- 0,0020 - ilość fluorowodoru ściśle odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.8. Oznaczanie alkaliczności w przeliczeniu na węglan sodowy

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan potasowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- b) Kwas solny, roztwór 0,1n.

c) Fenoloftaleina cz.d.a., 1-procentowy roztwór alkoholowy.

d) Woda destylowana nie zawierająca CO_2 przygotowana wg PN/C-06501.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. Jeżeli przy oznaczaniu kwasowości wg 5.2.7 po dodaniu roztworu fenoloftaleiny powstanie różowe zabarwienie, należy miareczkować badaną próbkę 0,1n roztworem kwasu solnego do zaniku różowego zabarwienia w temperaturze nie przekraczającej 5°C .

Zawartość węglanu sodowego (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{V \cdot 0,0053 \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

V - objętość 0,1n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m - odważka badanej próbki, g,

0,0053 - ilość węglanu sodowego odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu kwasu solnego.

5.2.9. Oznaczanie zawartości krzemu (Si)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 1 + 1.

b) Kwas borowy cz.d.a.

c) Molibdenian amonowy, roztwór 10-procentowy.

d) Chromian potasowy cz.d.a. (K_2CrO_4), roztwór wzorcowy: 1,21 g chromianu potasowego wysuszonego do stałej masy i 5 g boraksu ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml i dopełnić wodą do kreski. 1 ml roztworu odpowiada 0,000097 g Si.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanej próbki odważyć w platynowej parownicy z dokładnością do 0,0002 g, dodać 4 g kwasu borowego, oko-

ło 50 ml wody i ogrzewać do rozpuszczenia się kwasu borowego. Następnie zawartość parownicy przelać lub przesączyć (jeżeli roztwór nie jest klarowny) do cylindra kolorymetrycznego pojemności 100 ml, dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego, 10 ml roztworu molibdenianu amonowego, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i pozostawić na 10 min.

Do drugiego cylindra wlać około 100 ml wody i z mikrobiurety wkraplać roztwór wzorcowy aż do osiągnięcia jednakowego zabarwienia w obu cylindrach. Obserwować roztwory z góry trzymając cylindry na białym tle. Porównanie zabarwienia należy przeprowadzać po każdym dodaniu porcji roztworu wzorcowego. Pod koniec miareczkowania poziomy cieczy w obu cylindrach należy doprowadzić do jednakowej wysokości przez dodanie wody destylowanej.

Jednocześnie należy wykonać ślełą próbę używając tych samych ilości odczynników co przy próbie właściwej oraz zmiareczkować roztworem wzorcowym.

Zawartość krzemu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,000097 \cdot 100}{m} \quad (6)$$

w którym:

V - objętość roztworu wzorcowego zużytego do porównania zabarwienia z roztworem próbki badanej, ml,

V_1 - objętość roztworu wzorcowego zużytego do wyrównania zabarwienia ze ślełą próbą, ml,

m - odważka badanego fluorku sodowego, g,

0,000097 - ilość krzemu odpowiadająca 1 ml roztworu wzorcowego, ml.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,005%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-68/6191-85

Niniejsza norma zastępuje ZN-58/MPCh/01-285.