

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Syntetyczny węglan wapniowy Oznaczanie zawartości żelaza	6016-05/07
		Zamiast BN-70/6016-05 ¹⁾ BN-69/6016-18 ²⁾
		Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

Przedmiotem arkusza normy jest oznaczanie zawartości żelaza w syntetycznym węglanie wapniowym.

Oznaczanie zawartości żelaza należy wykonać jedną z następujących metod:

- metodą kompleksometryczną,
- metodą fotokolorymetryczną.

W przypadku analiz rozjemczych należy stosować metodę fotokolorymetryczną.

2. METODA KOMPLEKSOMETRYCZNA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu roztworu próbki roztworem wersenianu dwusodowego w obecności kwasu sulfosalicylowego jako wskaźnika.

2.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny, roztwór 15%(m/m).
- Kwas azotowy, roztwór 25%(m/m).
- Amoniak, roztwór 10%(m/m).
- Siarczan żelazowo-amonowy, roztwór wzorcowy o $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0,0100 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób: 4,8219 g siarczanu żelazowo-amonowego, $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, rozpuścić w wodzie zawierającej 15 ml 16%(m/m) roztworu kwasu siarkowego, dopełnić objętość roztworu wodą do 1 l i wymieszać.

- Wersenian dwusodowy $\text{Na}_2(\text{EDTA}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, roztwór o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,01 \text{ mol/l}$, przygotowany w następujący sposób: 3,725 g odczynnika umieścić w zlewce, rozpuścić w wodzie lekko ogrzewając, ostudzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Mianowanie roztworu przeprowadzić w następujący sposób: odmierzyć biuretą 25,0 ml roztworu wzorcowego siarczanu żelazowo-amonowego do kolby stożkowej pojemności 300 ml, rozcieńczyć wodą do objętości około 100 ml i doprowadzić roztworem amoniaku do pH 2 wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego. Następ-

nie dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, podgrzać do temperatury $50 \div 60^\circ\text{C}$ i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwono-fioletowej na cytrynowo-żółtą. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia w tych samych warunkach.

Stężenie molowe roztworu wersenianu dwusodowego $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})]$ obliczyć w molach na litr wg wzoru

$$c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = \frac{0,01 \cdot 25}{V} = \frac{0,250}{V} \quad (1)$$

w którym V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml.

Za wynik końcowy mianowania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, dla których różnica między wynikami skrajnymi nie przekracza 1% wyniku niższego.

- Kwas sulfosalicylowy $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, roztwór 10%(m/m).

2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,0 g próbki przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważyć przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 20 ml wody, a następnie, po przykryciu kolby szkłem zegarkowym, dodać porcjami 10 ml roztworu kwasu solnego i 1 ml roztworu kwasu azotowego. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie 5 min. Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości około 150 ml i po ostudzeniu doprowadzić roztworem amoniaku do pH 2 wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego. Jeżeli otrzymany roztwór jest mętny, należy go przesączyć przez sączek z bibuły o średniej gęstości.

Dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, roztwór podgrzać do $50 \div 60^\circ\text{C}$ i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia czerwono-fioletowego na cytrynowo-żółte, a przy małych zawartościach żelaza — do odbarwienia roztworu.

Zawartość żelaza (X) w przeliczeniu na Fe^{3+} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0005585 \cdot 100 \cdot P}{m} = \frac{V \cdot 0,05585}{m} \cdot P \quad (2)$$

¹⁾ W zakresie p. 5.4.6.

²⁾ W zakresie p. 5.4.5.

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,0100 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

P — przelicznik masy próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego aktywowanego, obliczony wg BN-86/6016-05/04 p. 4 (dla próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego zwykłego $P = 1$),

m — masa odważki próbki, g,

0,0005585 — ilość żelaza równoważna 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,0100 \text{ mol/l}$, g.

2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

3. METODA FOTOKOLORYMETRYCZNA

3.1. Zasada metody. Metoda polega na utworzeniu czerwonego kompleksu w wyniku reakcji jonów Fe^{2+} z 2,2'-dwupirydylem. Jony Fe^{3+} redukuje się do jonów Fe^{2+} kwasem askorbinowym lub chlorowodorkiem hydroksyloaminy. Absorbancja roztworu badanego, zmierzona przy długości fali 522 nm, jest proporcjonalna do zawartości żelaza.

3.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/02 p. 4 oraz kwas solny, roztwór 15%(m/m).

3.3. Aparatura — wg PN-81/C-04521/02 p. 3.

3.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej i wykonanie oznaczania — wg PN-81/C-04521/02 p. 6, 7, z następującymi uzupełnieniami:

a) krzywą wzorcową przygotować dla zawartości $0,05 \div 0,50 \text{ mg Fe}$,

b) roztwór próbki przygotować w następujący sposób: odważyć 1,0 g próbki przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważkę przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 50 ml wody, a następnie po przykryciu zlewki szkiełkiem zegarkowym, wkropić 5 ml roztworu kwasu solnego. Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie przez 5 min. Gorący roztwór przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 500 ml przez sącze z bibuły o średniej gęstości, sącze przemyć około 50 ml gorącej wody, roztwór w kolbie ostudzić do temperatury 20°C , dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

c) do oznaczania odmierzać 50,0 ml roztworu próbki,

d) zawartość żelaza (X) w przeliczeniu na Fe^{3+} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 500 \cdot 100 \cdot P}{m \cdot 1000 \cdot 50} = \frac{m_1 - m_0}{m} \cdot P \quad (3)$$

w którym:

m_1 — zawartość żelaza oznaczona w roztworze badanym, mg,

m_0 — zawartość żelaza oznaczona w próbie kontrolnej, mg,

P — przelicznik masy próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego aktywowanego, obliczony wg BN-86/6016-05/04 p. 4 (dla próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego zwykłego $P = 1$),

m — masa odważki próbki, g.

3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6016-05 p. 5.4.6 i BN-69/6016-18 p. 5.4.5. Wprowadzono metodę kompleksometryczną oznaczania zawartości żelaza.

3. Normy związane

PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydylu

BN-86/6016-05/04 Syntetyczny węglan wapniowy. Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

4. Normy zagraniczne

Bułgaria GDC 1820-71 Калциев карбонат — утаен
CSRS ČSN 653397-62 Uhlíčan vápenatý sražený technický
NRD TGL 2789-1976 Grundchemikalien. Kalziumkarbonat gefällt
Wielka Brytania BS 6463/2-84 Quicklime, hydrated lime and natural calcium carbonate. Part. 2. Methods of chemical analysis
ZSRR ГОСТ 8253-79 Мел химически осаждённый. Технические условия

5. Autorzy projektu normy — inż. Helena Marciniak-Nowak, mgr Romuald Czerwiński, Teresa Olejniczak — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne; mgr inż. Anna Milińska — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.