wycof 1 01 91
6/90p. 11
ob 89/6016-42/07

635

UKD 661 635 001 4 546 226 062

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Sole fosforowe **Oznaczanie zawartości siarczanów**	**BN-82** **6016-42.07** Zamiast BN 74/6016 42[1] Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartosci siarczanow w solach fosforowych

a) nefelometryczna, stosowana przy zawartosciach siarczanow w zakresie od 0,005 do 0,05 %

b) wagowa, stosowana przy zawartosciach siarczanow w zakresie od 0,2 do 2 %

2. METODA NEFELOMETRYCZNA

2.1. Zasada metody polega na rozpuszczeniu probki w wodzie, dodaniu roztworu chlorku barowego oraz porownaniu zmętnienia roztworu badanego ze zmętnieniem wzorcowego roztworu siarczanow, poddanego reakcji z chlorkiem barowym w ten sam sposob

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy, roztwór 10 % (m/m)

b) Kwas solny (1,19)

c) Roztwor wzorcowy siarczanów przygotowac wg PN-81/C-06503 p 2 2 1 55 i rozcienczyc wodą w stosunku 1 - 99 1 ml rozcienczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-}

2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g badanego produktu z dokładnością do 0,001 g, rozpuścic w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszac W razie potrzeby przesączyć przez suchy sączek do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu (około 20 ml) Do analizy odpipetować 10 ml roztworu do zlewki pojemności 50 ml, dodać 10 ml wody, 2 ml kwasu solnego, 3 ml roztworu chlorku barowego i mieszać w ciągu 30 s W ten sam sposob sporządzic roztwor porównawczy, uzywając tych samych odczynnikow i dodając taką ilość roztworu wzorcowego siarczanow, ktora odpowiada dopuszczalnej zawartości siarczanow w odważce badanego produktu Po 15 min porownac intensywność zmętnienia badanego roztworu ze zmętnieniem roztworu porownawczego na ciemnym tle

Zmętnienie badanego roztworu powinno być równe lub mniejsze niż zmętnienie roztworu porownawczego

3. METODA WAGOWA

3.1. Zasada metody polega na wytrąceniu siarczanów chlorkiem barowym w srodowisku kwasu solnego, wyprażeniu osadu w temperaturze 800 °C i wagowym jego oznaczaniu

3.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy, roztwor o $c(AgNO_3) = 0,1$ mol/l

b) Chlorek barowy, roztwor 10 % (m/m)

c) Kwas solny (1,19)

3.3. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 ml odważyć z dokładnoscią do 0,01 g badany produkt w ilości wg tablicy

Badany produkt	Odważka, g
Fosforan jednoamonowy	10
Fosforan dwuamonowy	10
Fosforan jednosodowy	10
Fosforan dwusodowy	10
Fosforan trójsodowy	10
Pirofosforan dwusodowy	10

Probkę rozpuścić w około 150 ml wody, dodać 12,5 ml kwasu solnego i ogrzewać w temperaturze wrzenia pod szkiełkiem zegarkowym w ciągu 15 min Po ostudzeniu przenieść roztwor ilosciowo do kolby pomiarowej pojemnosci 250 ml i dopełnić wodą do kreski W przypadku konieczności roztwór przesączyć przez suchy sączek do suchego naczynia (odrzucając pierwszą porcję przesączu - około 20 ml) Odmierzyć pipetą 50,0 ml roztworu do zlewki pojemności 500 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 200 ml, dodać 7,5 ml roztworu kwasu solnego i podgrzac do wrzenia Do gorącego roztworu dodawac powoli 20 ml, rownież gorącego, roztworu chlorku barowego i dalej podgrzewać roztwor w temperaturze wrzenia około 5 min Pozostawić na noc w temperaturze 30 - 40 °C, po czym przesączyć przez

[1] W zakresie p 2 9

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 10 września 1982 r
jako norma obowiazujaca od dnia 1 października 1983 r
(Dz Norm i Miar nr 7/1983 poz 13)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE ALFA 1983 Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 0,25 Nakł 1600+55 Zam 828/83 Cena zł 4,00

twardy sączek Sączek z osadem przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z azotanem srebra), następnie przenieść sączek do tygla porcelanowego, uprzednio wyprażonego do stałej masy w temperaturze 800 ±30 °C Sączek wysuszyć, spopielić i osad wyprażyć w temperaturze 800 ±30 °C do stałej masy

Zawartość siarczanów (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\ 0,4116\ 250\ 100}{50\ m_3} = \frac{(m_1 - m_2)\ 205,8}{m_3}$$

w którym

m_1 - masa tygla z osadem siarczanu barowego, g,

m_2 - masa tygla, g,

m_3 - odważka badanego produktu, g,

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

3.4. Wynik końcowy oznaczania Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań, między którymi różnica nie przekracza 20 % wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucje opracowujące normę - Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego, Warszawa i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice

2. Normy związane

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

3. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 2524-80 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Методы определения содержания сульфатов - norma zgodna

4. Autor projektu normy - Zespół Analityczny Instytutu Chemii Nieorganicznej, Gliwice