

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-38
	Siarczan sodowy uwodniony	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan sodowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan sodowy uwodniony ma:

- wzór ogólny $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$,
- masę cząsteczkową 322,19.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu sodowego uwodnionego czystego do analizy:

SIARCZAN SODOWY UWODNIONY — cz.d.a.
BN-78/6191-38

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan sodowy uwodniony ma postać bezbarwnych kryształów łatwo wietrzejących na powietrzu, rozpuszczalnych w wodzie, a nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu sodowego uwodnionego ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	99,0	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Wolnych alkaliów (NaOH), %, nie więcej niż	0,004	0,01
d) Wolnych kwasów (H_2SO_4), %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0003	0,002

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
g) Azotu całkowitego (N^+), %, nie więcej niż	0,0005	0,003
h) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002
i) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Wapnia i magnezu (Ca^{2+} , Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,05
k) Arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,00005	0,0003

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan sodowy uwodniony należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane, z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową podkładką.

Masa opakowania netto: 250, 500, 1000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od wymienionego opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie procentowej zawartości $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie wolnych alkaliów (NaOH) (3.2c),
- oznaczanie wolnych kwasów (H_2SO_4) (3.2d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 9 marca 1978 r. jako norma obowiązująca
od dnia 1 października 1978 r. (Dz. Norm. i Miar nr 10/1978 poz. 51)

- f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),
 g) oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2g),
 h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
 i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),
 j) oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (3.2j),
 k) oznaczanie zawartości arsenu (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- a) wielkość partii 500 kg,
 b) wielkość próbki pierwotnej: 200 g,
 c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2.
 d) wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
 e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej: 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
25 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego uwodnionego ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Aparatura. Kolumna szklana wypełniona kationitem typu KU I lub KU II.

5.3.1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).
 b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1 N roztwór.
 c) Czerwień metylowa wskaźnik 1-procentowy roztwór alkoholowy.
 d) Kationit KU I lub KU II frakcja 0,3 ÷ 1,5 mm.

5.3.1.3. Przygotowanie kationitu do oznaczania. Przez warstwę kationitu o wysokości około 100 ÷ 150 mm i przekroju około 12 ÷ 15 mm przepuścić około 200 cm³ kwasu solnego rozcieńczonego w stosunku 1 : 1 o temperaturze 50 ÷ 60°C. Następnie kationit przemyć wodą do odczynu obojętnego wobec papierka uniwersalnego. Nadmiar wody odpuścić, pozostawiając nad kationitem warstwę wody wysokości 1 cm³.

Należy zwracać uwagę, aby w warstwie kationitu nie było pęcherzyków powietrza.

Kationit przygotowany według wyżej podanego sposobu może być wykorzystany do trzech kolejnych oznaczeń zawartości procentowej siarczanu sodowego uwodnionego, po czym należy go zregenerować, postępując w sposób analogiczny jak przy jego przygotowaniu. Kationit należy przechowywać pod warstwą wody.

5.3.1.4. Wykonanie oznaczania. Około 0,4000 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 50 cm³ wody w zlewce pojemności 200 cm³, otrzymany roztwór przepuścić przez warstwę kationitu przygotowanego wg 5.3.1.3 z szybkością 4 ÷ 6 cm³/1 min.

Następnie przepłukać zlewkę dwukrotnie 50 cm³ wody, przepuszczając ją każdorazowo przez warstwę kationitu, po czym kationit przemyć wodą do uzyskania obojętnego odczynu eluatu. Wodę przepuszczać stopniowo, dodając nową porcję dopiero wtedy, gdy poprzednia przejdzie przez kolumnę i nad warstwę kationitu zostanie warstwa wody wysokości 1 cm. Połączone eluaty zawierające w stosunku do odważki siarczanu sodowego równoważną ilość kwasu siarkowego otrzymanego w reakcji wymiany kationu sodowego na kation wodoru miareczkować 0,1N KOH wobec czerwieni metylowej do żółtego zabarwienia.

Zawartość siarczanu sodowego obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01611 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego siarczanu sodowego uwodnionego, g,

0,01611 — ilość siarczanu sodowego uwodnionego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku potasowego, g.

Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia różniące się między sobą nie więcej niż 0,2%.

5.3.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 600 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517. Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 3,0 mg,

dla odczynnika cz. — 6,0 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości wolnych alkali (NaOH) lub wolnych kwasów (H_2SO_4)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., 0,1N roztwór.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 0,1N roztwór.

c) Fenoloftaleina 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny. Powstałe różowe zabarwienie roztworu powinno zniknąć po dodaniu nie więcej niż:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 cm³ 0,1N HCl,

dla odczynnika cz. — 0,125 cm³ 0,1N HCl.

Jeżeli badany roztwór po dodaniu roztworu fenoloftaleiny pozostanie bezbarwny, dodać roztworu wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia. Ilość zużytego do miareczkowania roztworu wodorotlenku sodowego nie powinna przekroczyć:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 cm³,

dla odczynnika cz. — 0,1 cm³.

1 cm³ 0,1N HCl odpowiada 0,004 g NaOH.

1 cm³ 0,1N NaOH odpowiada 0,0049 g H₂SO₄.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego gatunku cz.d.a., a 5,00 g do oznaczania gatunku cz. rozpuścić w 35 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4, sposób A.

Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opalizacja nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie a zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl⁻ oraz te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 20 cm³ H₂O i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg PO₄³⁻.

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N⁺)

5.3.6.1. Aparatura — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 1 g stopu Devardy i wykonać

oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3. Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min żółtobrazowe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg N⁺,

dla odczynnika cz. — 0,06 mg N⁺.

5.3.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy świeżo przygotowany.

c) Roztwór wzorcowy przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 40 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm³ tioacetamidu.

Badany siarczan sodowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb²⁺.

5.3.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.8.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-75/C-04521/02 p. 3.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521/02 p. 4. Amoniak cz.d.a., 25-procentowy roztwór.

5.3.8.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50 cm³: 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg Fe.

Każdy z tych roztworów przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Do roztworów dodać 0,2 cm³ roztworu kwasu solnego i 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy.

Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydylu, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Po 30 min przelać roztwór do kufki o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm i zmierzyć absorbcję przy długości fali 522 nm.

Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości

absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach. Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydylu.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 20 cm³ wody i dalej postępować wg PN-75/C-04521/02 p.7.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza.

Zawartość żelaza (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10}$$

w którym:

m — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m_1 — odważka badanego siarczanu sodowego uwodnionego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe³⁺.

5.3.9. Oznaczanie wapnia i magnezu (Mg²⁺ i Ca²⁺)

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,01M przygotowany wg PN-68/C-04950.

b) Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 10,0 przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Czerń eriochromowa T mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Mg²⁺.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 2,5000 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego rozpuścić w 100 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu zawierającego 0,1 mg Mg²⁺, 5 cm³ roztworu buforowego, 0,1 mg mieszaniny wskaźnika i miareczkować z mikrobiurety roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia fioletowego zabarwienia roztworu w niebieskie. Równocześnie zmiareczkować

roztwór kontrolny zawierający w tej samej objętości 1 cm³ roztworu zawierającego jony Mg²⁺, te same ilości roztworu buforowego i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy wapnia i magnezu (w przeliczeniu na Mg²⁺) (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_2) \cdot 0,0002432 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego, zużytego do zmiareczkowania badanego roztworu, cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego, zużytego do zmiareczkowania kontrolnego roztworu, cm³,

0,0002432 — ilość magnezu odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m — odważka badanego siarczanu sodowego uwodnionego, g.

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As³⁺)

5.3.10.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-75/C-04511 p. 2.2.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04511 p. 2.3.

5.3.10.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu sodowego uwodnionego do oznaczania gatunku cz.d.a., a 5,00 g do oznaczania gatunku cz. rozpuścić w 40 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511 p. 2.6.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg As³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,015 mg As³⁺.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu wg Farmakopei Polskiej IV, tom I, str. 75 metoda II.

Dopuszcza się oznaczanie kationów metodą spektrofotograficzną.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-80265

a) znowelizowano metody oznaczania zawartości procentowej fosforanów, metali ciężkich, żelaza, wapnia, magnezu i arsenu,

b) wyeliminowano oznaczanie zawartości strat przy suszeniu.

Dotychczas obowiązująca PN-59/C-80265 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1978 r.

3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek, przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

4. Dokumenty międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem

RWPG PC 4880-75 Реактивы. Натрий серноокислый кристаллический

5. Symbol wg SWW:

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.