

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-73
	Odczynniki Siarczan glinowy uwodniony	6191-112
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan glinowy uwodniony, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan glinowy ma:

- a) wzór chemiczny: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową: 666,45 (1961).

1.2. Normy związane

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strączanych siarkowodorem

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

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

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

¹⁾ Symbole wg SWW: cz.d.a. — 1331-111; cz. — 1331-424.

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 i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki siarczanu glinowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu glinowego chemicznie czystego:

SIARCZAN GLINOWY ch.cz. BN-73/6191-112

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan glinowy uwodniony powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub białego krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie, nierozpuszczalnego w alkoholu. Przy gotowaniu wodnego roztworu siarczanu glinowego wydziela się nierozpuszczalny osad zasadowej soli.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 15 maja 1973 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
od dnia 1 stycznia 1974 r. (Dz. Norm. i Miar nr 31/1973 poz. 98)

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu glinowego $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, %	99,5÷100	99÷106	98÷107
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,05
c) pH 5-procentowego roztworu	3,0÷3,5	2,5÷3,5	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,01
e) Soli amonowych (NH_4^{3+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,02
f) Żelaza (Fe^{2+}), %, nie więcej niż	0,0015	0,003	0,01
g) Metali ciężkich (Pb), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
h) Metali alkalicznych (jako siarczany)	0,15	0,25	0,5
i) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z korkiem zwykłym chronionym folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego, lub z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową, lub inną chemicznie odporną uszczelką, albo podkładką teksturowaną chronioną folią.

Masa opakowań netto: 250, 500, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że opakowania te zabezpieczają produkt w sposób nie gorszy od ww opakowań i jeżeli wymiary opakowań są zgodne z zasadami stosowanego do nich systemu wymiarowego.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej próbki pobranej powinna wynosić najmniej 150 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości siarczanu glinowego $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$.

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy 0,05 m roztworu przygotowanego wg PN-68/C-04950.

b) Azotan cynkowy 0,05 m, roztwór przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Oranż ksylenolowy wskaźnik 0,1-procentowy, roztwór przygotowany wg PN-68/C-06500.

d) Bufor octanowy przygotowany wg PN-68/C-04950.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5000 g badanego siarczanu glinowego rozpuścić w 70 cm³ wody, do roztworu dodać 35 cm³ wersenianu dwusodowego, 10 cm³ roztworu buforowego i gotować w ciągu 5 min.

Następnie roztwór ostudzić, dodać do roztworu 0,5 cm³ roztworu oranżu ksylenolowego i odmiareczkować nadmiar wersenianu dwusodowego roztworem azotanu cynkowego do zmiany barwy z żółtej na czerwono-cyklamenową.

Zawartość (X_1) siarczanu glinowego $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,01666 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,05 m roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania, cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,05 m roztworu azotanu cynkowego, zużyta do odmiareczkowania, cm³,

0,01666 — ilość $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 m roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m — odważka badanego siarczanu glinowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego siarczanu glinowego rozpuścić w 100 cm³ wody zakwaszonej 1 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,83). Dalej wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz. — 2 mg,
dla odczynnika cz.d.a. — 4 mg,
dla odczynnika cz. — 10 mg.

5.2.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego siarczanu glinowego rozpuścić w 95 cm³ wody, niezawierającej CO₂. Oznaczanie wykonać elektrometrycznie.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu będzie się mieścić w granicach:

- dla odczynnika ch.cz. — 3,0 ÷ 3,5,
- dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 ÷ 3,5.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻).

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu glinu dla odczynnika ch.cz. i 0,50 g dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozpuścić w 15 cm³ wody. W razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek przemyty 1-procentowym gorącym roztworem kwasu azotowego. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl⁻,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl⁻,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH₄⁺)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04525.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu glinowego rozpuścić w 20 cm³ wody w cylindrze pomiarowym o pojemności 50 cm³. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04525.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w badanym roztworze zabarwienie nie jest intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg NH₄⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg NH₄⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,2 mg NH₄⁺.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu glinu dla odczynnika ch.cz. i 0,50 g

dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozpuścić w 20 cm³ wody. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04521.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg Fe³⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Fe³⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe³⁺.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu glinowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. oraz 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 30 cm³ wody. Dalej oznaczać wg PN-68/C-04515.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w badanym roztworze zabarwienie nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,02 mg Pb²⁺ dla odczynnika ch.cz., cz.d.a. i cz.

5.2.8. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych (jako siarczany)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., 25-procentowy roztwór.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83).

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu glinowego rozpuścić w 130 cm³ wody, dodać niewielki nadmiar amoniaku. Roztwór ogrzewać aż do zaprzestania wydzielania się zapachu amoniaku, dopełnić wodą do objętości 150 cm³ i przesączyć. Do pobranych 75 cm³ przesączu (1 g badanego preparatu) dodać 1 cm³ kwasu siarkowego, odparować do sucha i wyprażyć do stałej masy.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.cz. — 1,5 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,
- dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.2.9. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.2.9.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04511.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu glinowego umieścić w kolbie aparatu do oznaczania arsenu, rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511.

Badany siarczan glinowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka

bromortęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,0025 mg As,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg As

oraz 30 cm³ roztworu chlorku cynowego, 5 cm³ roztworu jodku potasowego i 5 g cynku.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-112

1. Istotne zmiany do PN-57/C-80086

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) wprowadzono oznaczenie arsenu dla gatunku ch.cz. i cz.d.a.,
- c) wprowadzono oznaczenie metali alkalicznych jako siarczany w miejsce oznaczania alkali jako tlenki,
- d) zmieniono metodę oznaczania procentowej zawartości z wagowej na kompleksometryczną,

e) dostosowano badania do zalecenia normalizacyjnego.

2. Zalecenia międzynarodowe.

Norma jest wdrożeniem zalecenia Normalizacyjnego PC 2097-69. Реактивы. Алюминий серноокислый

Dotychczas obowiązująca PN-57/C-80086 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1974 r.