

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6191-114
	Siarczan glinowo-potasowy	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan glinowo-potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan glinowo-potasowy ma:

a) wzór chemiczny $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$,

b) masę cząsteczkową 474,39.

1.2. Normy związane

PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

PN-56/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-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

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/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

1) Symbole wg SWW:
dla cz.d.a. 1331-111,
dla cz. 1331-427.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu glinowo-potasowego oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu glinowo-potasowego czystego do analizy:

SIARCZAN GLINOWO-POTASOWY cz.d.a. BN-73/6191-114

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan glinowo-potasowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów lub krystalicznego proszku barwy białej.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość siarczanu glinowo-potasowego $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$, %, nie mniej niż	99,5	98
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,004
d) Soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
g) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001
h) Sodu (Na^+), %, nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się
i) pH 5-procentowego roztworu, nie mniej niż	2,5	nie normalizuje się

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne” dnia 29 września 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1974 r. (Dz. Norm. i Miar nr 46/1973 poz. 134)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan glinowo-potasowy 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: powinna wynosić 250, 500, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, o ile zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości siarczanu glinowo-potasowego (3.2 a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2 c),
- oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2 d),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2 e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2 f),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2 g),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2 h),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2 i).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu glinowo-potasowego $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczenia. 4,0000 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 200 cm³. 20 cm² (0,4 g) otrzymanego roztworu umieścić w kolbie pojemności 250 cm³, następnie dodać 0,5 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu azotowego. Dokładnie wymieszać i z biurety dodać 25 cm³ roztworu wersenianu dwusodowego.

Roztwór ogrzać do zagotowania, następnie oziębić i dodać mieszaniny oranżu ksylenolowego i ±2 g urotropiny. Nadmiar roztworu wersenianu dwusodowego odmiareczkować azotanem cynkowym wg PN-68/C-04950 do zmiany barwy żółtej na zzerwonofioletową.

Zawartość siarczanu glinowo-potasowego obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,02372 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 20}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego w nadmiarze, cm³,

V₁ - objętość ściśle 0,05m roztworu azotanem cynku zużytego do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanego siarczanu glinowo-potasowego, g,

0,02372 - ilość siarczanu glinowo-potasowego odpowiadająca ściśle 1 cm³ 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych. 60,00 g badanego siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w 600 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan glinowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa odważonej pozostałości nie przekroczy:

- 3 mg - dla odczynnika cz.d.a.,
- 6 mg - dla odczynnika cz.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w 30 cm³ ciepłej wody. Roztwór w razie potrzeby przesączyć przez sączek z bibuły, uprzednio dokładnie przemyty gorącą wodą, i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany siarczan glinowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalescencja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- 0,01 mg Cl⁻ - dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,08 mg Cl⁻ - dla odczynnika cz.

5.3.4. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH₄⁺)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy nie zawierający NH₄⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500.

b) Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy zawierający NH₄⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Do 20 cm³ otrzymanego roztworu (0,2 g) dodać 20 cm³ wody, roztwór wodorotlenku sodowego do całkowitego rozpuszczenia tworzącego się osadu oraz 1 cm³ odczynnika Nesslera.

Badany siarczan glinowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości

ci te same ilości wodorotlenku sodowego, odczynnika Nesslerera oraz:

0,01 mg NH_4^+ - dla odczynnika cz.d.a.,

0,02 mg NH_4^+ - dla odczynnika cz.

5.3.5. Oznaczenie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w 30 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.2.

Badany siarczan glinowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

0,01 mg Pb^{2+} - dla odczynnika cz.d.a.,

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

5.3.6. Oznaczenie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w 30 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.5.1.

Badany siarczan glinowo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy alkoholowej w badanym roztworze, w ciągu 5 min, nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w 30 cm^3 wody te same ilości odczynników oraz:

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

0,04 mg Fe^{3+} - dla odczynnika cz.

5.3.7. Oznaczenie zawartości arsenu (As)

10,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w 50 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN/C-04511.

Do roztworów porównawczych dodać:

0,005 mg As - dla odczynnika cz.d.a.,

0,01 mg As - dla odczynnika cz.

5.3.8. Oznaczenie zawartości sodu (Na^+)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04953 oraz kwas siarkowy cz.d.a., roztwór (1+1).

5.3.8.2. Przygotowanie badanego roztworu. 2,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 , dodać 2 cm^3 kwasu siarkowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Jeżeli roztwór jest mętny, należy go przesączyć.

5.3.8.3. Przygotowanie roztworów wzorcowych. Do 5 kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 wprowadzić 2 cm^3 kwasu siarkowego oraz ilości sodu wg tabl. 2 (roztwór chlorku sodowego zawierający 0,1 mg Na^+ w 1 cm^3). Objętość każdego roztworu dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Tablica 2

Nr roztworu wzorcowego	Zawartość Na^+ w roztworze wzorcowym	Zawartość Na^+ w badanej próbce, %
1	0	0
2	0,2 mg	0,01
3	0,4 mg	0,02
4	0,6 mg	0,03
5	0,8 mg	0,04

Następnie wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.9. Oznaczenie pH 5-procentowego roztworu 5,00 g siarczanu glinowo-potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 , następnie oznaczyć pH na pehametrze. pH badanego roztworu dla siarczanu glinowo-potasowego cz.d.a. nie powinno być niższe niż 2,5.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-114

1. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-59/MPCh/N-859.

2. Zalecenia międzynarodowe
RWPG PC 2687-70 - norma zgodna.