

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6191-24
	Siarczan miedziowy bezwodny	Zamiast BN-64/6191-24
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan miedziowy bezwodny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan miedziowy bezwodny ma:

- a) wzór chemiczny (CuSO_4),
- b) masę cząsteczkową 159,61 (1967).

1.2. Normy związane

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

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

PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu miedziowego bezwodnego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu miedziowego bezwodnego gatunku cz.d.a.:

SIARCZAN MIEDZIOWY BEZWODNY cz.d.a.
BN-73/6191-24

¹⁾ Symbole wg SWW:

- dla cz.d.a. 1331-111,
dla cz. 1331-424.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan miedziowy bezwodny powinien mieć postać szarego proszku, rozpuszczalnego w wodzie, a prawie nierozpuszczalnego w alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu miedziowego bezwodnego (CuSO_4), %, nie mniej niż	98,5	98
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,004	nie normalizuje się
d) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,02	0,04
f) Substancji niestrącalnych siarkowodoremem (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,15	0,03
g) Niklu (Ni^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan miedziowy bezwodny należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/80001.

Rodzaj opakowania - słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

Masa opakowań netto powinna wynosić: 100, 250, 500 i 1000 g.

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

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 46/1974 poz. 134)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości siarczanu miedziowego (3.2 a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2 c),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2 d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2 e),
- oznaczanie zawartości substancji niestrącalnych siarkowodorem - jako siarczany (3.2 f),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2 g).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu miedziowego bezwodnego (CuSO_4)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a.
- Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,1n.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,6000 g badanego siarczanu miedziowego bezwodnego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 5 cm³ kwasu octowego lodowatego i 3 g jodku potasowego. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 cm³ roztworu skrobi.

Zawartość siarczanu miedziowego bezwodnego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,015961 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,5961}{m}$$

w którym:

- V - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania, cm³,
- m - odważka badanego siarczanu miedziowego, g,
- 0,015961 - ilość siarczanu miedziowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory. Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 25,00 g badanego siarczanu miedziowego bezwodnego rozpuścić w 250 cm³ wody, do roztworu dodać 1 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517 p. 2.2.

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

- 2,5 mg - dla odczynnika cz.d.a.,
- 5,0 mg - dla odczynnika cz.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy, roztwory: 25- i 1-procentowy.
- Azotan srebra, roztwór 0,1n.
- Roztwór wzorcowy zawierający Cl^- przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99.
- Roztwór siarczanu miedziowy wolny od chlorków przygotowany w następujący sposób: 5,00 g siarczanu miedziowego rozpuścić w 50 cm³ wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 10 cm³ 25-procentowego kwasu azotowego, 5 cm³ roztworu azotanu srebra, dopełnić wodą do kreski i pozostawić na 12 godz w ciemnym miejscu. Następnie przesączyć przez sączek uprzednio przemyty gorącym, 1-procentowym roztworem azotanu srebra. Do przygotowanego wzorca należy użyć 20 cm³ roztworu siarczanu miedziowego nie zawierającego chlorków.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu miedziowego bezwodnego cz.d.a. rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposobem A, stosując roztwór porównawczy siarczanu miedziowego wolnego od chlorków.

Badany siarczan miedzi 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 0,04 mg Cl^- - dla odczynnika cz.d.a.

5.3.4. Oznaczanie całkowitej zawartości azotu (N)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04527.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu miedziowego bezwodnego rozpuścić w 140 cm³ wody, a następnie wykonać oznaczanie azotu metodą destylowaną wg PN-68/C-04527 p. 2.4. Do roztworu porównawczego dodać 0,2 mg N - dla odczynnika cz.d.a.

5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Chlorek amonowy cz.d.a.
- Amoniak cz.d.a., roztwory: 10- i 25-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Roztwór wzorcowy zawierający Fe^{3+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu miedziowego bezwodnego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 0,5 cm³ kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 5 min. Do roztworu dodać 1,5 g chlorku amonowego i 10-procentowego roztworu amoniaku w celu całkowitego rozpuszczenia wytrącają-

cego się zielonkawego osadu, następnie zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej i przesączyć. Osad przemyć na sączku początkowo roztworem zawierającym w 100 cm³ wody 5 g chlorku amonowego i 5 cm³ 25-procentowego roztworu amoniaku, a następnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jony Cl⁻.

Osad na sączku rozpuścić w 3 ÷ 5 cm³ kwasu solnego i przemyć sączek kilkoma porcjami wody. Przesącz otrzymany z rozpuszczenia na sączku wodorotlenku żelazowego wraz z wodą z przemycia zebrać w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić do kreski. Z tak przygotowanego roztworu pobrać pipetą 10 cm³ roztworu (0,1 g), rozcieńczyć 10 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 cm³ 10-procentowego roztworu amoniaku i ponownie dobrze wymieszać.

Badany siarczan miedziowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego w następujący sposób: do 25 cm³ roztworu zawierającego 2 ÷ 3 krople kwasu solnego dodać:

- 0,02 mg Fe³⁺ - dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,04 mg Fe³⁺ - dla odczynnika cz.

5.3.6. Oznaczenie zawartości substancji niestrącalnych siarkowodorem w środowisku kwaśnym (jako siarczany)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- b) Siarkowódór.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczenia. 5,00 g badanego siarczanu miedziowego bezwodnego rozpuścić w 145 cm³ wody, dodać 5 cm³ kwasu siarkowego, ogrzać do temperatury 70 ÷ 80°C i przepuszczać siarkowódór do całkowitego wytrącenia miedzi. Następnie odsączyć 75 cm³ roztworu przez sączek, aby w czasie sączenia sączek był wypełniony cieczą, przesącz odparować w uprzednio wyprażonej i zważonej parownicy porcelanowej lub kwarcowej, początkowo na łaźni wodnej, a następnie piaskowej do zaniku

par kwasu siarkowego, po czym wyprażyć do stałej masy w temperaturze 500 ÷ 600°C.

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

- 3,75 mg - dla odczynnika cz.d.a.,
- 7,50 mg - dla odczynnika cz.

Pozostałość należy zachować do oznaczania niklu.

5.3.7. Oznaczenie zawartości niklu (Ni²⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4 i 1,15).
- b) Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- c) Brom cz.d.a., roztwór nasycony.
- d) Dwumetyloglioksym cz.d.a., roztwór alkoholowy 1-procentowy.
- e) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ni²⁺ przygotowany w stosunku 1:99.
1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ni²⁺.
- g) Cytrynian amonowy dwuzasadowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

h) Mieszanina kwasów (woda królewska) przygotowana w następujący sposób: 1 cm³ stężonego kwasu azotowego zmieszać z 3 cm³ stężonego kwasu solnego.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczenia. Do pozostałości po prażeniu otrzymanej w 5.2.6.2 dodać 4 cm³ wody królewskiej i odparować do sucha. Do pozostałości dodać 1 cm³ kwasu solnego (1,18) i 19 cm³ wody. Do roztworu dodać 5 cm³ wody bromowej, 10 cm³ amoniaku, 2 cm³ cytrynianu amonowego i 5 cm³ roztworu dwumetyloglioksymu.

Badany siarczan miedziowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 5 cm³ wody bromowej, 10 cm³ amoniaku, 2 cm³ cytrynianu amonowego i 5 cm³ dwumetyloglioksymu oraz 0,25 mg Ni²⁺ - dla odczynnika cz.d.a.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-24

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-24

- a) zaostrzono wymagania dotyczące siarczanu miedziowego bezwodnego cz.d.a., dostosowując je do Zalecenia RWPG PC 2671-70,

- b) dostosowano badania do Zalecenia RWPG PC 2671-70.

2. Zalecenia międzynarodowe
RWPG PC 2671-70 - norma zgodna.