

ODCZYNNIKI	NORMA BRANŻOWA	BN-66 6191-57
	Odczynniki Siarczan żelazowy uwodniony	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan żelazowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny. Siarczan żelazowy ma:

- a) wzór chemiczny:  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ,  
b) ciężar cząsteczkowy bezwodnego siarczanu żelazowego: 399,86 (1961 r.).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu żelazowego uwodnionego, oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia siarczanu żelazowego uwodnionego czystego do analizy:

SIARCZAN ŻELAZOWY UWODNIONY cz.d.a.  
BN-66/6191-57

1.4. Normy związane

- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych  
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-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport  
PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Siarczan żelazowy uwodniony powinien mieć postać higroskopijnego proszku krystalicznego barwy szarobiałej do żółtawej powoli rozpuszczającego się w wodzie.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, co najmniej	21	
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,01	0,015
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, najwyżej	0,002	0,005
d) Azotu całkowitego (N), %, najwyżej	0,01	0,02
e) Żelaza ( $\text{Fe}^{2+}$ ), %, najwyżej	0,02	0,05
f) Miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ ), %, najwyżej	0,005	0,01
g) Cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ ), %, najwyżej	0,005	0,01
h) Metali ziem alkalicznych (oznaczonych jako siarczany), %, najwyżej	0,05	0,2

3. OPAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Siarczan żelazowy uwodniony należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamknięte dobrze dotartymi korkami zaparafinowanymi na zewnątrz. Masa netto: 250 i 500 g.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 700 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań4.2.1. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).  
b) Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.  
c) Kwas octowy cz.d.a. lodowaty.  
d) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 19 marca 1966 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1966 r.  
(Mon. Pol. nr 21/1966 poz. 116)

e) Siarczan cynkowy cz.d.a., roztwór 0,05 m, przygotowany w następujący sposób: 3,2690 g cynku metalicznego cz.d.a. odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 2,5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozтворzenia się cynku. Roztwór siarczanu cynkowego przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać. Otrzymany roztwór siarczanu cynkowego służy do nastawiania miana wersenianu dwusodowego.

f) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05 m, przygotowany w następujący sposób: 18,61 g wersenianu dwusodowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Miano roztworu ustalić w następujący sposób: 25 cm<sup>3</sup> 0,05 m roztworu siarczanu cynkowego odmierzyć biuretą do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do objętości 150 cm<sup>3</sup>, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego o pH = 10, niewielką ilość wskaźnika czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy roztworu z czerwonej na niebieską. Wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia. Różnica między poszczególnymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,05 cm<sup>3</sup>.

Molarność roztworu wersenianu dwusodowego (M) obliczyć wg wzoru

$$M = \frac{25 \cdot m}{V}$$

w którym:

m - miano roztworu siarczanu cynkowego (0,05m),  
V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania 25 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu cynkowego, cm<sup>3</sup>.

g) Czern eriochromowa T - wskaźnik, przygotowana w następujący sposób: 0,1 g czerni eriochromowej T rozetrzeć dokładnie w moździerzu porcelanowym z 20 g chlorku sodowego cz.d.a. na drobny, jednorodny proszek.

h) Roztwór buforowy o pH = 10, przygotowany w następujący sposób: 54 g chlorku amonowego cz.d.a. odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dodać 350 cm<sup>3</sup> 25-procentowego roztworu amoniaku cz.d.a. i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski.

4.2.1.2. Wykonanie oznaczenia. 0,3 g badanego siarczanu żelazowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić ogrzewając w kolbie stożkowej pojemności 350 cm<sup>3</sup> w 100 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 2,5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego. Roztwór oziębnić, a następnie do roztworu dodawać kroplami roztwór octanu amonowego do zmiany zabarwienia z żółtego na czerwone (około 5 cm<sup>3</sup> octanu amonowego), 2 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu sulfosaliicylowego i dokładnie mieszając miareczkować roz-

tworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia na czysto żółte (bez odcienia czerwonego).

Zawartość żelaza (Fe<sup>3+</sup>) (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,002792 \cdot 100}{G} = \frac{V \cdot 0,2792}{G}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

G - odważka badanego siarczanu żelazowego, g,

0,002792 - ilość żelaza (Fe<sup>3+</sup>) odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

#### 4.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie zakwaszonej kwasem solnym.

30 g badanego siarczanu żelazowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 800 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 500 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 3 cm<sup>3</sup> kwasu solnego cz.d.a. (1,18) i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

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

dla odczynnika cz.d.a. 3 mg,

dla odczynnika cz. 4,5 mg.

#### 4.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>)

##### 4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl<sup>-</sup>, przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl<sup>-</sup>.

d) Siarczan żelazowy nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 8 g badanego siarczanu żelazowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 140 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 8 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i dodać 4 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra. Po upływie 24 godz roztwór przesączyć przez sączek przemyty gorącą wodą. Do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 36 cm<sup>3</sup> przesącza.

4.2.3.2. Wykonanie oznaczenia. 2 g badanego siarczanu żelazowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, przesączyć, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra i uzupełnić wodą do objętości 50 cm<sup>3</sup>.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała po upływie 20 min nie będzie intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości 36 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu żelazowego nie zawierającego chlorków oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,04 mg Cl<sup>-</sup>,

dla odczynnika cz. 0,10 mg Cl<sup>-</sup>.

4.2.4. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N). 1 g badanego siarczanu żelazowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 90 cm<sup>3</sup> wody w kolbie aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. 0,1 mg N,

dla odczynnika cz. 0,2 mg N.

4.2.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>2+</sup>)

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas fosforowy cz.d.a.

b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,01n.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego siarczanu żelazowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w mieszaninie: 50 cm<sup>3</sup> uprzednio wygotowanej i oziębionej wody zakwaszonej i 2 cm<sup>3</sup> kwasu fosforowego.

Roztwór miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do czerwonego zabarwienia.

Zawartość żelaza (Fe<sup>2+</sup>) (X<sub>1</sub>) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,005585 \cdot 100}{G}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

G - odważka badanego siarczanu żelazowego, g,

0,005585 - ilość żelaza odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

4.2.6. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu<sup>2+</sup>)

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek amonowy cz.d.a.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Woda siarkowodorowa wg PN-68/C-06500 świeżo przygotowana.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu<sup>2+</sup>, przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Cu<sup>2+</sup>.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego siarczanu żelazowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody. Do roztworu dodać 5 g chlorku amonowego, ogrzać do wrzenia, dodać 15 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku i gotować przez 2 min.

Po oziębieniu roztwór uzupełnić wodą do objętości 50 cm<sup>3</sup> i przesączyć 25 cm<sup>3</sup> przesączu, odparować prawie do sucha, pozostałość rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 25 cm<sup>3</sup>.

Roztwór zakwaszyć 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i dodać 10 cm<sup>3</sup> świeżo przygotowanej wody siarkowodorowej.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu pow-

stałe w ciągu 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 2,5 g chlorku amonowego, 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 10 cm<sup>3</sup> wody siarkowodorowej oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,05 mg Cu<sup>2+</sup>,

dla odczynnika cz. 0,1 mg Cu<sup>2+</sup>.

Roztwór po oznaczeniu pozostawić do oznaczania cynku wg 4.2.7.

4.2.7. Oznaczanie zawartości cynku (Zn<sup>2+</sup>)

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

b) Żelazocyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy świeżo przygotowany.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Zn<sup>2+</sup>.

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Roztwór otrzymany wg 4.2.6.2 pozostawić na 24 godz, po czym szybko przesączyć przez fałdowany sącdek. Przesącz odparować prawie do sucha i pozostałość rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> wody z dodatkiem 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Roztwór przesączyć, uzupełnić wodą do 20 cm<sup>3</sup> i dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu żelazocyjanu potasowego.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu powstałe w ciągu 5 min nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie a zawierającego w tej samej objętości 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu żelazocyjanu potasowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,05 mg Zn<sup>2+</sup>,

dla odczynnika cz. 0,1 mg Zn<sup>2+</sup>.

4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ziem alkalicznych (jako siarczany)

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, roztwór (0,91) cz.d.a. nie zawierający dwutlenku węgla, przygotowany wg PN-68/C-06500.

b) Siarczek amonowy, roztwór 10-procentowy nie zawierający dwutlenku węgla, przygotowany wg PN-68/C-06500.

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego siarczanu żelazowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać amoniaku do całkowitego strącenia osadu. Po oziębieniu dodać 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu siarczku amonowego, dopełnić wodą do 200 cm<sup>3</sup> i po odstaniu osadu odsączyć. 100 cm<sup>3</sup> przesączu odparować do sucha, wysuszyć w suszarce w temperaturze 100°C i wyprażyć ostrożnie do całkowitego usunięcia soli amonowych. Do pozostałości dodać trzy-

krotnie 2 ÷ 3 cm<sup>2</sup> wody i odparować za każdym razem do sucha na łaźni wodnej. Następnie ekstrahować gorącą wodą i przesączyć do starowanej parownicy. Przesącz odparować do sucha i pozostałość przepażyć ostrożnie do stałej masy.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonego osadu nie przekroczy:

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

dla odczynnika cz. 10 mg.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-66/6191-57

Niniejsza norma została opracowana na podstawie PN-56/C-80078.