

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki Siarczan magnezowy	6191-133
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan magnezowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan magnezowy ma:

- wzór sumaryczny $MgSO_4 \cdot 7H_2O$,
- masę cząsteczkową 246,48.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki siarczanu magnezowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu magnezowego czystego do analizy:

SIARCZAN MAGNEZOWY cz.d.a. BN-74/6191-133

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan magnezowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość siarczanu magnezowego ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), %, nie mniej niż	99,5	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
c) Wolnych alkali, %, nie więcej niż	0,002	0,002	nie normalizuje się
d) Wolnych kwasów, %, nie więcej niż	0,005	0,005	nie normalizuje się
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,002	0,005
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,001
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
i) Manganu (Mn^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002	nie normalizuje się
j) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,05
k) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	0,0002

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan magnezowy 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 poprzednio opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości siarczanu magnezowego (3.2a),

b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),

c) oznaczanie zawartości wolnych alkali (3.2c),

d) oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2d),

e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),

f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),

h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),

g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),

i) oznaczanie zawartości manganu (3.2i),

j) oznaczanie zawartości wapnia (3.2j),

k) oznaczanie zawartości arsenu (3.2k).

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 30 listopada 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu magnezowego $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,3400 ÷ 0,3900 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 50 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04950 p. 2.14. Zawartość siarczanu magnezowego obliczyć w procentach (X) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,012324 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanego siarczanu magnezowego, g,

0,012324 - ilość siarczanu magnezowego odpowiadająca ściśle 1 cm³ 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej. Roztwór ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 1 godz i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517

Masa wysuszonej pozostałości powinna wynosić:

dla odczynnika ch.cz. - 1,0 mg,

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

dla odczynnika cz. - 5,0 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów w przeliczeniu na H_2SO_4 lub wolnych alkalii w przeliczeniu na MgO

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana, nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana wg PN-68/C-06500.

b) Kwas solny cz.d.a., 0,01n roztwór.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 0,01n roztwór.

d) Błękit bromotymolowy wsk. 0,1-procentowy roztwór.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 50 cm³ wody i dodać 0,1 cm³ roztworu błękitu bromotymolowego. Jeżeli roztwór zabarwi się na żółto, należy miareczkować go roztworem wodorotlenku sodowego do pojawienia się niebieskiego zabarwienia.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się roztworu wodorotlenku sodowego nie więcej niż 1 cm³.

1 cm³ ściśle 0,01n roztworu wodorotlenku sodowego odpowiada 0,00049 g kwasu siarkowego.

Jeżeli po dodaniu błękitu bromotymolowego do badania roztworu wystąpi niebieskie zabarwienie, należy miareczkować roztwór badanego siarczanu ma-

gnezowego roztworem kwasu solnego do pojawienia się żółtego zabarwienia.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się roztworu kwasu solnego nie więcej niż 1 cm³.

1 cm³ ściśle 0,01n roztworu kwasu solnego odpowiada 0,0002 g MgO.

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 4,00 g badanego siarczanu magnezowego dla gatunku ch.cz., 1,00 g siarczanu magnezowego dla gatunku cz.d.a. i 1,00 g siarczanu magnezowego dla gatunku cz. rozpuścić w 20 cm³ wody. W razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek uprzednio przemyty gorącym 1-procentowym roztworem kwasu azotowego do zaniku reakcji na jon Cl^- , dopełnić objętość roztworu do 40 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.1 sposób A.

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

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04503 p. 2.2.3.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 10 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

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

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg PO_4^{3-}

i te same ilości odczynników.

5.3.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

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

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 30 cm³ wody, dodać 1 cm³ kwasu octowego, 10 cm³ wody siarkowodorowej i wymieszać.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po 15 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia

roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,1 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.1.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 20 cm^3 wody w cylindrze z doszlifowanym korkiem pojemności 50 cm^3 i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,04 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

5.3.8. Oznaczanie zawartości manganu (Mn^{2+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., 96-procentowy.
- b) Azotan srebra, 0,1n roztwór.
- c) Nadsiarczan amonowy, 20-procentowy roztwór.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 15 cm^3 wody, dodać 0,5 cm^3 kwasu siarkowego, 5 kropli roztworu azotanu srebra, ogrzać do wrzenia. Następnie dodać 5 cm^3 roztworu nadsiarczanu amonowego, ponownie ogrzać do wrzenia, a następnie roztwór oziębować.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli obserwowane wzdłuż osi próbówki zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg Mn^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Mn^{2+}

i te same ilości odczynników.

5.3.9. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.3.9.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam typ SP 90 A seria 2 lub inny spektrofotometr absorpcji atomowej.

b) Lampa wapniowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości - 10 cm.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Podstawowy roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} przygotowany wg PN-68/C-04953.

1 cm^3 tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g/ cm^3 Ca^{2+} .

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

5.3.9.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 dodać po 0,3 cm^3 kwasu siarkowego oraz kolejno: 0,05 cm^3 , 0,1 cm^3 , 0,2 cm^3 , 0,4 cm^3 , 0,6 cm^3 , roztworu wzorcowego Ca^{2+} , uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Otrzymane roztwory zawierają kolejno w g/ cm^3 Ca^{2+} : $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ i $6 \cdot 10^{-6}$. Postępując zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru absorpcji atomowej wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe. Zmierzyć absorbcję roztworów dla odpowiednich stężeń wapnia i otrzymanych wyników pomiarów wykreślić krzywą wzorcową zależności absorbcji od stężenia wapnia.

Przy pracy na spektrofotometrze absorpcji atomowej Pye Unicam SP 90 A ustalić następujące warunki pomiarowe:

- przepływ powietrza - 5 l/min,
- przepływ acetyleny - 1,5 l/min,
- długość fali - 422,7 nm,
- szerokość szczeliny - 0,08 mm,
- natężenie prądu lampy - 8 mA,
- wysokość palnika - 5 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową ustalić na optymalne warunki zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

Przy stosowaniu innych spektrofotometrów absorpcji atomowej należy ustalić warunki pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi danego spektrofotometru.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu magnezu rozpuścić w wodzie i uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 . Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej oraz odczytać absorbcję.

Stężenie wapnia w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość wapnia w badanym siarczanie magnezu obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

- a - stężenie wapnia w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej,
- m_1 - odważka badanego siarczanu magnezu.

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.10.1. Odczynniki, roztwory i aparatura - wg PN-68/C-04511 p. 2.3. i 2.4.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu magnezowego rozpuścić w 30 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany siarczan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego uzyskane z badanego roztworu nie będzie inten-

sywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego uzyskane z roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w tych samych warunkach i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,001 mg As,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,002 mg As,
dla odczynnika cz. - 0,004 mg As
i te same ilości odczynników.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80255

a) zastrzono wymagania dotyczące zawartości siarczanu magnezowego dla gatunku cz.,

b) zastrzono wymagania dotyczące zawartości chlorków w gatunku ch.cz.,

c) wprowadzono oznaczanie wolnych kwasów i zasad oraz manganu,

d) zmieniono metody oznaczania zawartości procentowej podstawowego składnika, fosforanów i wapnia,

e) wprowadzono oznaczanie zawartości wapnia metodą spektrofotometrii absorpcji atomowej - metoda różna od metody PC 3259-71,

f) dostosowano metody badań do zalecenia RWPG PC 3259-71.

Dotychczas obowiązująca PN/C-80255 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1975 r.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

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-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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

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-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3259 Реактивы. Магний сернокислый семиводный