

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-86
	Syntetyczny węglan wapniowy Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu	6016-05/06
		Zamiast BN-70/6016-05 ¹⁾ BN-69/6016-18 ²⁾
		Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

Przedmiotem arkusza normy jest oznaczanie zawartości wapnia i magnezu, w przeliczeniu na węglan wapniowy, w syntetycznym węglanie wapniowym.

Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu należy wykonać jedną z następujących metod miareczkowych:

- a) kompleksometryczną,
- b) alkacymetryczną.

W przypadku analiz rozjemczych należy stosować metodę kompleksometryczną.

2. METODA KOMPLEKSOMETRYCZNA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu roztworu próbki roztworem wersenianu dwusodowego w obecności czerni eriochromowej T jako wskaźnika.

2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny, roztwór 15% (m/m).
- b) Amoniak, roztwór 10% (m/m).
- c) Roztwór buforowy o pH około 10, przygotowany w następujący sposób: 67,5 g chlorku amonowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, dodać 570 ml 25% (m/m) roztworu amoniaku, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.
- d) Chlorek wapniowy, roztwór wzorcowy o $c(\text{CaCl}_2) = 0,0500 \text{ mol/l}$ przygotowany w następujący sposób: odważyć 5,0045 g węglanu wapniowego, wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$. Odważyć przenieść do wysokiej zlewki pojemności 400 ml, dodać 50 ml wody, a następnie, po przykryciu zlewki szkiełkiem zegarkowym, 25 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 4,000 \text{ mol/l}$. Roztwór podgrzać do wrzenia i utrzymywać

w tym stanie aż do całkowitego rozpuszczenia węglanu wapniowego i usunięcia dwutlenku węgla, po czym ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

e) Wersenian dwusodowy $\text{Na}_2(\text{EDTA}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, roztwór o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,0500 \text{ mol/l}$, przygotowany w następujący sposób: 19,0 g odczynnika i 0,100 g chlorku magnezowego umieścić w zlewce, rozpuścić w wodzie lekko ogrzewając, ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Mianowanie roztworu przeprowadzić w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć 25,0 ml roztworu wzorcowego chlorku wapniowego, zobojętnić 10% (m/m) roztworem amoniaku wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego, dodać 75 ml wody, 10 ml roztworu buforowego, szczyptę czerni eriochromowej (wskaźnika) i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z winnoczerwonej na niebieską (bez odcienienia fioletowego). Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia w tych samych warunkach.

Stężenie molowe roztworu wersenianu dwusodowego $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})]$ obliczyć w molach na litr wg wzoru

$$c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = \frac{0,0500 \cdot 25,0}{V} = \frac{1,25}{V} \quad (1)$$

w którym V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego, zużytego do miareczkowania, ml.

Za wynik końcowy mianowania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, dla których różnica między wynikami skrajnymi nie przekracza 1% wyniku niższego.

f) Czerni eriochromowa T, wskaźnik przygotowany w następujący sposób: 0,250 g odczynnika utrzeć w moździerzu z 25 g chlorku sodowego.

2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć $1,4 \div 1,6$ g próbki przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważyć przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 20 ml wody, a następnie, po przykryciu zlewki szkiełkiem zegarkowym,

1) W zakresie p. 5.4.2.

2) W zakresie p. 5.4.1.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
 Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 25 sierpnia 1986 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 6/1987, poz. 16)

wkroplic 8 ml roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie 5 min. Roztwór ostudzić i przelać do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Odmierzyć pipetą 25,0 ml roztworu do kolby stożkowej pojemności 300 ml, zobojętnić roztworem amoniaku wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego i postępować dalej jak przy mianowaniu roztworu wersenianu dwusodowego wg 2.2e).

Zawartość wapnia i magnezu (X) w przeliczeniu na CaCO_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,005005 \cdot 250 \cdot 100 \cdot P}{25 \cdot m} = \frac{V \cdot 5,005}{m} \cdot P \quad (2)$$

w którym:

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,0500 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania próbki, ml,

P - przelicznik masy próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego aktywowanego, obliczony wg BN-86/6016-05/04 p. 4 (dla próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego zwykłego $P = 1$),

m - masa odważki próbki, g,

0,005005 - ilość węglanu wapniowego równoważna 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,0500 \text{ mol/l}$, g.

2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5% wyniku niższego.

3. METODA ALKACYMETRYCZNA

3.1. Zasada metody. Metoda polega na odmiareczkowaniu nadmiaru kwasu solnego, zużytego do rozpuszczenia próbki roztworem wodorotlenku sodowego wobec oranżu metylowego jako wskaźnika.

3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.1.3.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.2.

c) Oranż metylowy, roztwór 0,1% (m/m), przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,5 g próbki przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważkę przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 20 ml wody, a następnie, po przykryciu zlewki szkiełkiem zegarkowym, 40,0 ml roztworu kwasu solnego, 2 ÷ 3 krople roztworu oranżu metylowego, ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie 5 min. Po ostudzeniu nadmiar kwasu solnego odmiareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy wskaźnika z czerwonej na pomarańczowożółtą (oranżową).

Zawartość wapnia i magnezu (X) w przeliczeniu na CaCO_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,05005 \cdot 100 \cdot P}{m} = \frac{(V - V_1) \cdot 5,005}{m} P \quad (3)$$

w którym:

V - objętość roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$ dodanego do rozpuszczenia odważki próbki, ml,

V_1 - objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ zużytego do odmiareczkowania nadmiaru kwasu solnego, ml,

P - przelicznik masy próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego aktywowanego, obliczony wg BN-86/6016-05/04 p. 4 (dla próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego zwykłego $P = 1$),

m - masa odważki próbki, g,

0,05005 - ilość węglanu wapniowego równoważna 1 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, g.

3.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5% wyniku niższego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Inowrocławskie Zakłady Chemiczne i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6016-05 p. 5.4.2 i BN-69/6016-18 p. 5.4.1. Wprowadzono metodę acydymetryczną oznaczania zawartości wapnia i magnezu.

3. Normy związane

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas - zasada (alkalometrycznych)

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

BN-86/6016-05/04 Syntetyczny węgiel wapniowy. Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

4. Normy zagraniczne

Bułgaria EDC 1820-71 Калциев карбонат - утаен

ČSRS ČSN 653397-62 Uhličitán vápenatý srážení technický

Jugosławia JUS HB1 102-63 Kalcijumkarbonat tehnicki (Telažena kreda)

NRD TGL 2789-1976 Grundchemikalien, Kalziumkarbonat gefällt

Rumunia STAS 1083-76 Carbonat de calcium precipitat, tehnic

Węgry MSZ 2692-74 Kalciumkarbonat, Precipitát, ipari

ZSRR ГОСТ 8253-79 Мел химически осаждённый. Технические условия

5. Autorzy projektu normy - inż. Helena Marciniak-Nowak, mgr Romuald Czerwiński, Teresa Olejniczak - Inowrocławskie Zakłady Chemiczne; mgr inż. Anna Milińska - Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.