

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Syntetyczny węgiel wapniowy Oznaczanie zawartości siarczanów	6016-05/08
		Zamiast BN-70/6016-05 ¹⁾ BN-69/6016-18 ²⁾
		Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

Przedmiotem arkusza normy jest oznaczanie zawartości siarczanów w syntetycznym węglaniu wapniowym.

W zależności od zawartości siarczanów oznaczanie należy wykonać jedną z następujących metod:

- a) metodą turbidymetryczną,
- b) metodą wagową.

2. METODA TURBIDYMETRYCZNA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na ocenie wizualnej intensywności opalescencji powstałej w wyniku reakcji chłorku barowego z jonami siarczanowymi.

2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny, roztwór 15%(m/m).
- b) Chlorek barowy, roztwór 20%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.21.
- c) Siarczany, roztwór wzorcowy przygotowany z roztworu wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.55 przez rozcieńczenie wodą 1+9.

1 ml roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} .

2.3. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie wykonać wg PN-81/C-04519. W tym celu odważyć 1,000 g próbki syntetycznego węgla wapniowego technicznego zwykłego albo równoważną ilość próbki syntetycznego węgla wapniowego technicznego aktywowanego, przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważkę przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 50 ml wody, a następnie, po przykryciu zlewki szkiełkiem zegarkowym, wkropić 5 ml roztworu kwasu solnego. Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie przez 5 min. Gorący roztwór przesączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, przemyć sączek około 50 ml gorącej wody, roztwór w kolbie ostudzić do temperatury 20°C, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Do oznaczania odmierzyć 10,0 ml tak przygotowanego roztworu i dalej postępować wg PN-81/C-04519 p. 2.5.3.

¹⁾ W zakresie p. 5.4.7.

²⁾ W zakresie p. 5.4.8.

W zależności od zawartości siarczanów w próbce, do roztworu porównawczego odmierzyć ilość roztworu wzorcowego roboczego siarczanów wskazaną w tabelicy.

Zawartość siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} w próbce %(m/m)	Objętość roztworu wzorcowego roboczego siarczanów ml
do 0,40	1,6
do 0,50	2,0
do 0,60	2,4
do 0,70	2,8

2.4. Wynik końcowy oznaczania. Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zmętnienia roztworu badanego jest nie wyższa od intensywności zmętnienia roztworu porównawczego.

3. METODA WAGOWA

3.1. Zasada metody. Metoda polega na wytrąceniu siarczanów w postaci siarczanu barowego z roztworu próbki zakwaszonej kwasem solnym i wypróżnieniu osadu do stałej masy.

3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny, roztwór 15%(m/m).
- b) Kwas azotowy 5%(m/m).
- c) Chlorek barowy, roztwór 20%(m/m) przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.21.
- d) Azotan srebrny, roztwór o $c(AgNO_3)$ około 0,05 mol/l.

3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5,0 g próbki przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważkę przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 50 ml wody, a następnie, po przykryciu zlewki szkiełkiem zegarkowym, małymi porcjami 25 ml roztworu kwasu solnego.

Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymać w tym stanie 5 min. Gorący roztwór przesączyć przez twardy sączek do zlewki pojemności 400 ml, osad na sączku przemyć około 50 ml wody, dołączając przesącz do roztworu. Otrzymany roztwór ogrzać ponownie do wrzenia, dodać 10 ml roztworu chlorku barowego.

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)

zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej 1 h, po czym zlewkę zdjąć z łaźni i pozostawić na 12 h w temperaturze pokojowej. Osad siarczanu barowego odsączyć przez twardy sączek bezpopiołowy. Sączek z osadem przemyć gorącą wodą do uzyskania negatywnej reakcji przesączu na chlorki (po dodaniu 5 ml roztworu azotanu srebrowego do 10 ml przesączu nie obserwuje się zmętnienia w ciągu 5 min).

Przemyty osad z sączkiem przenieść do tygla porcelanowego, wyprażonego uprzednio w temperaturze $800 \div 850^{\circ}\text{C}$ do stałej masy. Tygiel z osadem umieścić w piecu, zwęglić jego zawartość, nie dopuszczając do zapalenia sączka. Następnie wyprażyć w temperaturze $800 \div 850^{\circ}\text{C}$ do stałej masy i zważyć.

Zawartość siarczanów (X) w przeliczeniu na SO_4^{2-} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,4115 \cdot 100 \cdot P}{m} = \frac{m_1 \cdot 41,15}{m} \cdot P$$

w którym:

m_1 — masa wyprażonego siarczanu barowego, g,

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,

0,4115 — współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na SO_4^{2-} .

3.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucje opracowujące normę — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6016-05 p. 5.4.7 i BN-69/6016-18 p. 5.4.8. Wprowadzono metodę wagową oznaczania zawartości siarczanów.

3. Normy związane

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
PN-SI/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

4. Normy zagraniczne

NRD TGL 2789-1976 Grundchemikalien. Kalziumkarbonat gefällt
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.