

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-79</b> <hr/> <b>6191-168</b>
	Odczynniki <b>Siarczan wapniowy</b>	
	Grupa katalogowa X 51	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan wapniowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan wapniowy ma:

- a) wzór ogólny  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę cząsteczkową 172,17.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki siarczanu wapniowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu wapniowego czystego do analizy:

SIARCZAN WAPNIOWY cz.d.a.  
BN-79/6191-168

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan wapniowy powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku koloru białego, słabo rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a	cz.
a) Zawartość siarczanu wapniowego ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), %, nie mniej niż	98,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, nie więcej niż	0,025	0,05
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,01
d) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
e) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
f) Azotanów ( $\text{NO}_3^-$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Wolnego kwasu siarkowego ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,02
h) Suma potasu i sodu ( $\text{K}^+ + \text{Na}^+$ ), %, nie więcej niż	0,1	0,3

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan wapniowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamknięte nakrętką z tworzywa sztucznego. Masa opakowań netto: 250, 500 i 1000 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 30 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 26/1979 poz.119)

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczenie zawartości siarczanu wapniowego (3.2a),
- b) oznaczenie substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2b),
- c) oznaczenie zawartości chlorków (3.2c),
- d) oznaczenie zawartości metali ciężkich (3.2d),
- e) oznaczenie zawartości żelaza (3.2e),
- f) oznaczenie zawartości azotanów (3.2f),
- g) oznaczenie zawartości wolnego kwasu siarkowego (3.2g),
- h) oznaczenie zawartości sumy potasu i sodu (3.2h).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- a) wielkość partii - 500 kg;
- b) wielkość próbki pierwotnej - 200 g;
- c) liczbę próbek jednostkowych - wg tabl. 2;

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej - 400 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu wapniowego ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,2500 g badanego siarczanu wapniowego rozpuścić, ogrzewając, w 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 100 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>. Roztwór ochłodzić i dalej postępować wg PN-68/C-04950 p. 2.20.2.

Zawartość siarczanu wapniowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,00861 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

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

0,00861 - ilość siarczanu wapniowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> roztworu ściśle 0,05M wersenianu dwusodowego, g,

m - odważka badanego siarczanu wapniowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym. 5,00 g badanego siarczanu wapniowego rozpuścić w 170 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,12).

Zlewkę z roztworem przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm<sup>3</sup> gorącej wody, wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X<sub>1</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

a - masa wysuszonej pozostałości, g,

m<sub>1</sub> - odważka badanego siarczanu wapniowego, g.

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

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,0 g badanego siarczanu wapniowego gotować z 70 cm<sup>3</sup> wody w ciągu 5 min. Roztwór ochłodzić, przesączyć i osad przemyć na sączku wodą, zbierając przesącz i wodę z przemycia osadu do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Objętość roztworu w kolbie dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. 10 cm<sup>3</sup> (=1,00 g) roztworu przenieść do kolby pojemności 50 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do 20 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczenie chlorków wg PN-68/C-04518 p. 2.4, sposób A.

Badany siarczan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w roztworze badanym po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl<sup>-</sup>,

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

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb<sup>2+</sup>)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515 p. 2.4 oraz kwas octowy, 10-procentowy roztwór.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g siarczanu wapniowego rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> kwasu octowego i roztwór przesączyć.

Pobrać pipetą 20 cm<sup>3</sup> (2,00 g) roztworu i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.

Badany siarczan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz. - 0,04 mg Pb<sup>2+</sup>.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>3+</sup>)

5.3.5.1. Aparatura, przyrządy i materiały - wg PN-75/C-04521.03 p. 3.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory - wg PN-75/C-04521.03 p. 4.

5.3.5.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej - wg PN-75/C-04521.03 p. 6.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu wapniowego rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, gotując w 15 cm<sup>3</sup> wody i 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego. Po ostudzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup> i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-75/C-04521.03 p. 7.

Zawartość żelaza w miligramach w próbce badanej odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość żelaza ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a}{m_2 \cdot 10} \quad (3)$$

w którym:

$a$  - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,  
 $m_2$  - odważka badanego siarczanu wapniowego, g.

W przypadku oznaczania dopuszczalnej zawartości żelaza oznaczanie wykonać wg PN-75/C-04521/03 p. 8, biorąc do roztworu porównawczego:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Fe<sup>3+</sup>,  
dla odczynnika cz. - 0,04 mg Fe<sup>3+</sup>.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości azotanów (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04509 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g siarczanu wapniowego zadać 5 cm<sup>3</sup> wody w kolbie pomiarowej pojemności 10 cm<sup>3</sup> i intensywnie mieszać w ciągu 2 do 3 min. Dopelnąć objętość roztworu wodą do kreski, ponownie wymieszać i pozostawić do opadnięcia osadu. Następnie roztwór przesączyć przez sącdek przemyty gorącą wodą, odrzucając pierwszą część przesącza. Pobrać pipetą kalibrowaną

1 cm<sup>3</sup> przesącza (0,25 g), dodać 9 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04509 p. 2.5.

Badany siarczan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe niebieskie zabarwienie badanego roztworu będzie silniejsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,0125 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>,  
dla odczynnika cz. - 0,025 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu siarkowego (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 0,05N roztwór.
- Czerwień metylowa - wskaźnik, przygotowana wg PN-76/C-06501 p. 2.2.11.
- Woda destylowana niezawierająca CO<sub>2</sub>, przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu wapniowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, dodać 30 cm<sup>3</sup> gorącej wody, niezawierającej CO<sub>2</sub>, zatkać korkiem i energicznie wytrząsać przez 5 min. Następnie roztwór ochłodzić, dodać 2 krople czerwieni metylowej i miareczkować roztwór z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia z czerwonego na żółte.

Zawartość wolnego kwasu siarkowego ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,00245 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

$V$  - objętość ściśle 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 $m_3$  - odważka badanego siarczanu wapniowego, g,  
0,00245 - ilość kwasu siarkowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości potasu i sodu

5.3.8.1. Aparatura i przyrządy - wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04953 p. 2.4 oraz

- Kwas solny cz.d.a. (1,19).
- Azotan glinowy spektralnie cz., 1-procentowy roztwór.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. Do 1,0 g badanego siarczanu wapniowego dodać 50 cm<sup>3</sup> wody, 3 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i zagotować, intensywnie mieszając. Roztwór prze-

nieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu glinowego i uzupełnić wodą do kreski. Dalej oznaczanie prowadzić wg PN-68/C-04953 p.2.6.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Dotychczas obowiązujące normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-53/MPCh/BP-52.

#### 3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu amonowego

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

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 kolorimetrii i nefelometrii

PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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 5020-75 Реактивы. Кальций серноокислый

#### 5. Symbol wg SWW

cz.d.a. - 1331-11,

cz. - 1331-42.