

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Odczynniki Siarczan sodowy bezwodny	6191-177
		Zamiast PN/C-80264
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan sodowy bezwodny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan sodowy bezwodny ma:

- a) wzór chemiczny — Na_2SO_4 ,
- b) masę molową — 142,06 g/ml.

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki siarczanu sodowego bezwodnego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu sodowego bezwodnego czystego do analizy:

SIARCZAN SODOWY BEZWODNY cz.d.a. BN-84/6191-177

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan sodowy bezwodny powinien mieć postać bezbarwnego krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczan sodowy (Na_2SO_4), %(m/m), nie mniej niż	99,0	99,0
b) Straty przy prażeniu, %(m/m), nie więcej niż	0,2	0,5
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,01	0,02
d) pH 5-procentowego roz- tworu	5,0 ÷ 8,0	5,0 ÷ 8,0
e) Chlorków (Cl^-), %(m/m), nie więcej niż	0,003	0,005

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Azotanów (NO_3^-), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,006
g) Soli amonowych (NH_4^+), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,006
h) Metali ciężkich jako (Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,004
i) Żelaza (Fe^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0008	0,0015
j) Wapnia i magnezu ($\text{Ca}^{2+} +$ Mg^{2+}), %(m/m), nie wię- cej niż	0,015	0,075
k) Arsenu (As^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,0005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoiki ze szkła oranżowego wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego, z podkładką polietylenową wg BN-73/6419-02.

Masa netto: 250, 500 i 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzane próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

4.1.2. Opakowania transportowe — beczki drewniane wg PN-76/O-79351 i bębny tekturowe¹⁾, worki polietylenowe.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001. Siarczan sodowy bezwodny jest odczynnikiem bezpiecznym.

¹⁾ Według ZN-79/ZZG-III-177 Bębny transportowe zwijane z papieru. Ogólne wymagania i badania.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 28 lutego 1984 r.
jako norma obowiązująca od 1 października 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1984 poz. 11)

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-76/O-79252. W przypadku konieczności stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na paletce należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją.

4.2. Przechowywanie. Siarczan sodowy bezwodny należy przechowywać w magazynach suchych. Nie dopuszcza się składowania na powietrzu.

4.3. Transport siarczanu sodowego bezwodnego może się odbywać dowolnymi krytymi środkami transportu, zgodnie z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej oraz Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie procentowej zawartości siarczanu sodowego Na_2SO_4 (3.2a),
- oznaczanie strat przy prażeniu (3.2b),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),
- oznaczanie zawartości azotanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2g),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),
- oznaczanie zawartości wapnia i magnezu (3.2j),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz., należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

Tablica 2

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

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu sodowego bezwodnego (Na_2SO_4)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek potasowy, roztwór o $c(\text{KOH}) = 0,1$ mol/l.

- Czerwień metylowa-wskaźnik, roztwór alkoholowy 0,1%(m/m).

- Kationit KU-1 lub KU-2 lub Amberlit IR-120.

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 17,5%(m/m), tj. roztwór 1+1.

- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).

- Azotan srebra cz.d.a., roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l.

5.3.1.2. Przygotowanie kationitu. Kationit odsiać od pyłu i grubych części, stosować frakcję od 0,3 do 1,5 mm.

W celu oddzielenia od substancji mineralnych i przeprowadzenia kationitu w formę wodorową, należy kationit umieścić w zlewce i parę razy ogrzać do $50 \div 60^\circ\text{C}$ z roztworem kwasu solnego do ujemnej reakcji na jony Fe^{3+} (próba z rodankiem amonowym). Następnie kationit odmyć całkowicie od jonów Cl^- (próba z azotanem srebra) i odsączyć na sączku Büchnera. Przechowywać w butelce z doszlifowanym korkiem.

5.3.1.3. Przygotowanie kolumny. Kolumnę szklaną o wymiarach: wysokość $h = 300$ mm i średnicy równej $18 \div 20$ mm wypełnić uprzednio przygotowanym kationitem tak, aby warstwa kationitu nie była niższa niż 10 mm i nie zawierała banieczek powietrza. Kationit w kolumnie należy przechowywać pod warstwą wody.

5.3.1.4. Wykonanie oznaczenia. Około 0,4000 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 50 ml wody, w zlewce pojemności 150 ml. Otrzymany roztwór przepuścić przez warstwę kationitu przygotowanego wg 5.3.1.2, z szybkością $4 \div 6$ ml/1 min.

Następnie przepłukać zlewkę dwukrotnie 50 ml wody, przepuszczając ją każdorazowo przez warstwę kationitu, po czym kationit przemyć wodą do uzyskania obojętnego odczynu eluatu. Połączone eluaty zawierające w stosunku do odważki siarczanu sodowego równoważną ilość kwasu siarkowego (otrzymanego w reakcji wymiany kationu sodowego na kation wodoru) miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec czerwieni metylowej do żółtego zabarwienia.

Zawartość siarczanu sodowego obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,007103 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku potasowego zużyta do miareczkowania, ml,
 m — odważka badanego siarczanu sodowego, g,

0,007103 — ilość siarczanu sodowego bezwodnego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego, ściśle o $c(\text{KOH}) = 0,1000$ mol/l, g.

Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia, różniące się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

5.3.2. Oznaczanie strat przy prażeniu. Około 2,0000 g badanego siarczanu sodowego umieścić w uprzednio zważonym i wyprażonym do stałej masy tyglu porcelanowym, wysuszyć w suszarce w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$ i prażyć do stałej masy w temperaturze $450 \div 500^\circ\text{C}$.

Stratę przy prażeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

m_1 — odważka badanego siarczanu sodowego, g,

m_2 — ciężar wyprażonego badanego siarczanu sodowego, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 250 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517. Badany siarczan sodowy bezwodny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.3.4. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 95 ml przygotowanej i ostudzonej wody i wykonać oznaczenie elektrometrycznie.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 35 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3, sposób A.

Badany siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zmętnienie nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- .

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotanów (NO_3^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04509 p. 2.2.2.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml. Dalej oznaczenie wykonać wg PN-81/C-04509 p. 2.2.4.

Badany siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli niebieskie zabarwienie badanego roztworu będzie równe lub silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg NO_3^- ,

dla odczynnika cz. — 0,06 mg NO_3^- .

5.3.7. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04525 p. 2.1.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siar-

czanu sodowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04525 p. 2.6. Badany siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie jest silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg NH_4^+ ,

dla odczynnika cz. — 0,06 mg NH_4^+ .

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

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.3.2.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 20 ml wody, w kolbie pojemności 100 ml. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-80/C-04515 p. 2.3.3.

Badany siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu 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^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg Pb^{2+} .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521.03 p. 4.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 20 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 100 ml. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04521.03 p. 7.

Badany siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe czerwone zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,016 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. — 0,03 mg Fe^{3+} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$)

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-81/C-06501.

b) Roztwór buforowy o $\text{pH} = 9,5 \div 10,0$, przygotowany wg PN-68/C-04950.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony w stosunku 1:90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Mg^{2+} .

d) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór o $c(\text{EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 2,5000 g badanego siarczanu sodowego bezwodnego rozpuścić w 100 ml wody, dodać 1 ml roztworu zawierającego 0,1 mg Mg^{2+} , 5 ml roztworu buforowego, 0,1 mg mieszaniny wskaźnika i miareczkować z mikrobiurety roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia fioletowego zabarwienia roztworu w niebieskie.

Równocześnie miareczkować roztwór kontrolny zawierający w tej samej objętości 1 ml roztworu zawierającego jony Mg^{2+} , te same ilości roztworu buforu i mieszaniny wskaźnika.

Zawartość sumy wapnia i magnezu (w przeliczeniu na Mg^{2+}) obliczyć w procentach (X_3) wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0002432 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

V_1 — objętość wersenianu dwusodowego o $c(EDTA) = 0,01$ mol/l, zużytego do miareczkowania roztworu badanego, ml,

V_2 — objętość wersenianu dwusodowego o $c(EDTA) = 0,01$ mol/l, zużytego do miareczkowania roztworu kontrolnego, ml,

m_2 — odważka badanego siarczanu sodowego, g,

0,0002432 — ilość magnezu odpowiadająca 1 ml wersenianu dwusodowego o $c(EDTA) = 0,01$ mol/l, g.

Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia, różniące się między sobą nie więcej niż o 0,0005%.

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As^{3+})

5.3.11.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2 i 2.3.3.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego siarczanu sodowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 ml i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6.

Badany siarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego porównawczego przygotowanego w tych samych warunkach, z tych samych ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 0,005 mg As^{3+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80264

a) wprowadzono oznaczenie zawartości procentowej składnika podstawowego,

b) wprowadzono oznaczenie pH 5-procentowego roztworu elektrometrycznie, zamiast określania odczynu roztworu wodnego,

c) zmieniono metodę oznaczania wapnia i magnezu

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-81/C-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-81/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

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

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie 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

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewnianych 800×1200 — EUR

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP (Dz. T.iZK z 1963 r. nr 4 poz. 10)

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 24 poz. 123)

4. Dokumenty międzynarodowe

RWPG CT CЭВ 1698-79 Реактивы. Натрий серноокислый безводный

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

6. Autor projektu normy — inż. R. Adamczyk — PPH Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.