

ODCZYNNIKI	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Odczynniki	6191-57
	<b>Siarczan żelazowy uwodniony</b>	
		Grupa katalogowa X 51

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest siarczan żelazowy uwodniony stosowany jako odczynnik chemiczny. Siarczan żelazowy ma:

- wzór chemiczny:  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ,
- ciężar cząsteczkowy bezwodnego siarczanu żelazowego: 399,86 (1961 r.).

**1.2. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu żelazowego uwodnionego, oznaczone:

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

**1.3. Przykład oznaczenia** siarczanu żelazowego uwodnionego czystego do analizy:

SIARCZAN ŻELAZOWY UWODNIONY cz.d.a. BN-66/6191-57

#### 1.4. Normy związane

- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-58/C-04527 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie azotu w produktach chemicznych metodą destylacyjną
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych
- PN/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

### 2. WYMAGANIA TECHNICZNE

**2.1. Wymagania ogólne.** Siarczan żelazowy uwodniony powinien mieć postać higroskopijnego proszku krystalicznego barwy szarobiałej do żółtawej powoli rozpuszczającego się w wodzie.



Polskie Odczynniki Chemiczne  
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 19 marca 1966 r.  
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1966 r.  
 (Mon. Pol. nr 21/1966 poz. 116)

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, co najmniej	21	
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,01	0,015
c) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, najwyżej	0,002	0,005
d) Azotu całkowitego (N), %, najwyżej	0,01	0,02
e) Żelaza ( $Fe^{2+}$ ), %, najwyżej	0,02	0,05
f) Miedzi ( $Cu^{2+}$ ), %, najwyżej	0,005	0,01
g) Cynku ( $Zn^{2+}$ ), %, najwyżej	0,005	0,01
h) Metali ziem alkalicznych (oznaczonych jako siarczany), %, najwyżej	0,05	0,2

3. OPAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Siarczan żelazowy uwodniony należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane dobrze dotartymi korkami zaparafinowanymi na zewnątrz. Masa netto: 250 i 500 g.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-54/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 700 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań4.2.1. Oznaczanie zawartości żelaza ( $Fe^{3+}$ )4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Kwas octowy cz.d.a. lodowaty.
- Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

e) Siarczan cynkowy cz.d.a., roztwór 0,05m, przygotowany w następujący sposób: 3,2690 g cynku metalicznego cz.d.a. odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce pojemności 100 ml, dodać 20 ml wody i 2,5 ml kwasu siarkowego. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozтворzenia się cynku. Roztwór siarczanu cynkowego przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać. Otrzymany roztwór siarczanu cynkowego służy do nastawiania miana wersenianu dwusodowego.

f) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05m, przygotowany w następujący sposób: 18,61 g wersenianu dwusodowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Miano roztworu ustalić w następujący sposób: 25 ml 0,05m roztworu siarczanu cynkowego odmierzyć biuretą do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 150 ml, dodać 5 ml roztworu buforowego o pH = 10, niewielką ilość wskaźnika czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy roztworu z czerwonej na niebieską. Wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia. Różnica między poszczególnymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,05 ml.

Molarność roztworu wersenianu dwusodowego ( $M$ ) obliczyć wg wzoru

$$M = \frac{25 \cdot m}{V}$$

w którym:

$m$  - miano roztworu siarczanu cynkowego (0,05m),

$V$  - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania 25 ml roztworu siarczanu cynkowego, ml.

g) Czerń eriochromowa T - wskaźnik, przygotowana w następujący sposób: 0,1 g czerni eriochromowej T rozetrzeć dokładnie w moździerzu porcelanowym z 20 g chlorku sodowego cz.d.a. na drobny, jednorodny proszek.

h) Roztwór buforowy o pH = 10, przygotowany w następujący sposób: 54 g chlorku amonowego cz.d.a. odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 200 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml, dodać 350 ml 25-procentowego roztworu amoniaku cz.d.a. i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski.

4.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,3 g badanego siarczanu żelazowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić ogrzewając w kolbie stożkowej pojemności 350 ml w 100 ml wody zakwaszonej 2,5 ml kwasu siarkowego. Roztwór oziębić, a następnie do roztworu dodawać kroplami roztwór octanu amonowego do zmiany zabarwienia z żółtego na czerwone (około 5 ml octanu amonowego), 2 ml kwasu octowego, 2,5 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego i dokładnie mieszając miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia na czysto żółte (bez odcienia czerwonego).

Zawartość żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ) ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,002792 \cdot 100}{G} = \frac{V \cdot 0,2792}{G}$$

w którym:

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

$G$  - odważka badanego siarczanu żelazowego, g,

0,002792 - ilość żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ) odpowiadająca 1 ml ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

4.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie zakwaszonej kwasem solnym. 30 g badanego siarczanu żelazowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w zlewce pojemności 800 ml, rozpuścić w 500 ml wody zakwaszonej 3 ml kwasu solnego cz.d.a. (1,18) i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. 3 mg,

dla odczynnika cz. 4,5 mg.

#### 4.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

##### 4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1.15).

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Cl}^-$ , przygotowany zgodnie z PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ .

d) Siarczan żelazowy nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 8 g badanego siarczanu żelazowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 140 ml wody zakwaszonej 8 ml kwasu azotowego i dodać 4 ml roztworu azotanu srebra. Po upływie 24 godz roztwór przesączyć przez sącdek przemyty gorącą wodą. Do przygotowania roztworu porównawczego pobrać 36 ml przesącza.

4.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego siarczanu żelazowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 40 ml wody zakwaszonej 2 ml kwasu azotowego, przesączyć, dodać 1 ml roztworu azotanu srebra i uzupełnić wodą do objętości 50 ml.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała po upływie 20 min nie będzie intensywniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości 36 ml roztworu siarczanu żelazowego nie zawierającego chlorków oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,04 mg  $\text{Cl}^-$ ,  
dla odczynnika cz. 0,10 mg  $\text{Cl}^-$ .

4.2.4. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N). 1 g badanego siarczanu żelazowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 90 ml wody w kolbie aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczanie wg PN-58/C-04527 p. 2.3.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. 0,1 mg N,  
dla odczynnika cz. 0,2 mg N.

4.2.5. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{2+}$ )

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas fosforowy cz.d.a.
- b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,01n.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego siarczanu żelazowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w mieszaninie: 50 ml uprzednio wygotowanej i oziębionej wody zakwaszonej i 2 ml kwasu fosforowego.

Roztwór miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do czerwonego zabarwienia. Zawartość żelaza ( $\text{Fe}^{2+}$ ) ( $X_1$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,005585 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, ml,  
G - odważka badanego siarczanu żelazowego, g,  
0,005585 - ilość żelaza odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

4.2.6. Oznaczanie zawartości miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ )

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek amonowy cz.d.a.
- b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Woda siarkowodorowa wg PN/C-06501 świeżo przygotowana.
- e) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Cu}^{2+}$ , przygotowany zgodnie z PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg  $\text{Cu}^{2+}$ .

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego siarczanu żelazowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 30 ml wody. Do roztworu dodać 5 g chlorku amonowego, ogrzać do wrzenia, dodać 15 ml roztworu amoniaku i gotować przez 2 min.

Po oziębieniu roztwór uzupełnić wodą do objętości 50 ml i przesączyć 25 ml przesączu, odparować prawie do sucha, pozostałość rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 25 ml.

Roztwór zakwasić 1 ml roztworu kwasu solnego i dodać 10 ml świeżo przygotowanej wody siarkowodorowej.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu powstałe w ciągu 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 2,5 g chlorku amonowego, 1 ml kwasu solnego, 10 ml wody siarkowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,05 mg  $\text{Cu}^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. 0,1 mg  $\text{Cu}^{2+}$ .

Roztwór po oznaczaniu pozostawić do oznaczania cynku wg 4.2.7.

#### 4.2.7. Oznaczanie zawartości cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ )

##### 4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12),

b) Żelazocyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy świeżo przygotowany.

c) Roztwór wzórcowy zawierający jony  $\text{Zn}^{2+}$ , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg  $\text{Zn}^{2+}$ .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Roztwór otrzymany wg 4.2.6.2 pozostawić na 24 godz, po czym szybko przesączyć przez fałdowany sącdek. Przesącz odparować prawie do sucha i pozostałość rozpuścić w 15 ml wody z dodatkiem 1 ml kwasu solnego. Roztwór przesączyć, uzupełnić wodą do 20 ml i dodać 1 ml roztworu żelazocyjanku potasowego.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu powstałe w ciągu 5 min nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie a zawierającego w tej samej objętości 1 ml kwasu solnego, 1 ml roztworu żelazocyjanku potasowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,05 mg  $\text{Zn}^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. 0,1 mg  $\text{Zn}^{2+}$ .

#### 4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ziem alkalicznych (jako siarczany)

##### 4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, roztwór (0,91) cz.d.a. nie zawierający dwutlenku węgla, przygotowany wg PN/C-06501.

b) Siarczek amonowy, roztwór 10-procentowy nie zawierający dwutlenku węgla, przygotowany wg PN/C-06501.

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego siarczanu żelazowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 100 ml wody. Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać amoniaku do całkowitego strącenia osadu. Po oziębieniu dodać 0,5 ml roztworu siarczku amonowego, dopełnić wodą do 200 ml i po odstaniu osadu odsączyć 100 ml przesącza odparować do sucha, wysuszyć w suszarce w temperaturze  $100^{\circ}\text{C}$  i wyprażyć ostrożnie do całkowitego usunięcia soli amonowych. Do pozostałości dodać trzykrotnie 2 ÷ 3 ml wody i odparować za każdym razem do sucha na łaźni wodnej. Następnie ekstrahować gorącą wodą i przesączyć do starowanej parownicy. Przesącz odparować do sucha i pozostałość przeprażyć ostrożnie do stałej masy.

Badany siarczan żelazowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonego osadu nie przekroczy:

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

dla odczynnika cz. 10 mg.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-66/6191-57

Niniejsza norma została opracowana na podstawie PN-56/C-80078.

**BIBLIOTEKA GŁÓWNA**  
Politechniki Warszawskiej

**BN. 001878**



400000000323310