

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN 75
	Odczynniki	6191-137
	Żelazocyjanek potasowy	Zamiast PN-63/C-80097
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest żelazocyjanek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Żelazocyjanek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny: $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$,
- b) masę cząsteczkową: 422,41.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki żelazocyjanu potasowego oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczania żelazocyjanu potasowego czystego do analizy:

ŻELAZOCYJANEK POTASOWY cz.d.a. BN-75/6191-137

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Żelazocyjanek potasowy powinien mieć postać cytrynowożółtych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość żelazocyjanu potasowego ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$), %, w granicach nie mniej niż	99,0 ÷ 100,5	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,02
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,02
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
e) Węglanów (CO_3^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,02

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Żelazocyjanek potasowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką, lub podkładką teksturową chronioną folią polietylenową albo folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000, 50 kg.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzona próba wykaże, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Średnią próbkę laboratoryjną pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Do badań należy pobierać próbki opakowań jednostkowych wg tablicy.

Liczba opakowań wchodzących w skład partii	Liczba próbek jednostkowych
do 5	4
6 ÷ 10	6
11 ÷ 25	10
26 ÷ 50	14
51 ÷ 100	20
101 ÷ 250	22
251 ÷ 500	24
501 ÷ 1000	25

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 240 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 21 marca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 17/1975 poz. 57)

5.2. Rodzaje i wykonanie badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości żelazocyjanku potasowego ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 1,0000 g badanego żelazocyjanku potasowego rozpuścić w 250 cm³ wody, dodać 10 cm³ kwasu siarkowego i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego aż do przejścia zabarwienia żółtozielonego w pomarańczowe.

Zawartość żelazocyjanku potasowego (X) $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0422408 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 4,22408}{m}$$

w którym:

V – objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,0422408 – ilość żelazocyjanku potasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g,

m – odważka badanego żelazocyjanku potasowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego żelazocyjanku potasowego rozpuścić w 500 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany żelazocyjanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. – 2,5 mg,
- dla odczynnika cz. – 10,0 mg.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04518 oraz siarczan miedziowy cz.d.a., roztwór 12,5-procentowy nie zawierający jonów Cl⁻.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego żelazocyjanku potasowego rozpuścić w 90 cm³ wody. Do roztworu dodać 10 cm³ roztworu siarczanu miedziowego, wymieszać i pozostawić na 15 ÷ 20 min. Po upływie tego czasu przesączyć przez sączek, przemyty uprzednio gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl⁻, odrzucić pierwsze 15 ÷ 20 cm³ przesączu.

Następnie pobrać dla odczynnika cz.d.a. 20 cm³ przesączu (0,2 g) dla odczynnika cz. 50 cm³ prze-

sączu (0,5 g) i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518. Sposób A.

Badany żelazocyjanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w roztworze badanym po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. – 0,01 mg Cl⁻,
- dla odczynnika cz. – 0,1 mg Cl⁻

1 cm³ roztworu kwasu azotowego i 1 cm³ azotanu srebra.

5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory – wg PN-68/C-04519 oraz roztwór żelazocyjanku potasowego nie zawierający SO_4^{2-} , przygotowany w następujący sposób: 100 g żelazocyjanku potasowego rozpuścić 400 cm³ wody, dodać 20 cm³ 10-procentowego roztworu chlorku barowego, wymieszać i dopełnić objętość roztworu wodą do 1000 cm³, pozostawić na okres 24 godz i przesączyć.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego żelazocyjanku potasowego rozpuścić w 46 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany żelazocyjanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 15 min nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. – 0,05 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. – 0,20 mg SO_4^{2-}

10 cm³ roztworu żelazocyjanku potasowego nie zawierającego siarczanów i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości węglanów (jako CO_3^{2-})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,01n.
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego żelazocyjanku potasowego rozpuścić w 100 cm³ świeżo wygotowanej i ostudzonej wody, dodać 4 krople fenoloftaleiny i miareczkować roztworem kwasu solnego do zaniku czerwonego zabarwienia. Badany żelazocyjanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyto najwyżej:

- dla odczynnika cz.d.a. – 0,45 cm³ kwasu solnego,
- dla odczynnika cz. – 4,5 cm³ kwasu solnego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE.

2. Istotne zmiany w stosunku do normy PN-63/C-80007

- a) ustalono górną granicę ‰ zawartości dla gat. cz.d.a.
- b) dostosowano metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego PC

Dotychczas obowiązująca norma PN-63/C-80007 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976 r.

3. Normy związane

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

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

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 4294-73 Реактивы. Калий железистосинеродистый