

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-158
	Fosforan dwupotasowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fosforan dwupotasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fosforan dwupotasowy ma:

- a) wzór chemiczny K_2HPO_4 ,
- b) masę cząsteczkową 174,18 (1967 r.).

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 fosforanu dwupotasowego oznaczone jako:

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

2.2. Przykład oznaczenia fosforanu dwupotasowego czystego do analizy:

FOSFORAN DWUPOTASOWY cz.d.a. BN-78/6191-158

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fosforan dwupotasowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub krystalicznego proszku dobrze rozpuszczalnego w wodzie, higroskopijnego.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Fosforan dwupotasowy należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego, z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub worki polietylenowe i polipropylenowe tkane, zgodne z BN-75/7671-03.

Masa netto: 250, 500, 1000 g, 50 kg.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Fosforanu dwupotasowego (K_2HPO_4), %, nie mniej niż	99,0	98,0
b) pH 5-procentowego roztworu	8,5÷9,6	nie normalizuje się
c) Straty po suszeniu, %, nie więcej niż	0,1	0,2
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,02
e) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
f) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
h) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,005
i) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,005
j) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0002	0,001
k) Sodiu (Na^+), %, nie więcej niż	0,03	nie normalizuje się

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania pod warunkiem, że zabezpiecza ono produkt w stopniu co najmniej równym jak wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Pakowanie i znakowanie produktu przeznaczonego na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Fosforan dwupotasowy należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach w suchych pomieszczeniach zgodnie z wymaganiami wg PN-70/C-80001.

Zgłoszona przez Centralny Związek Spółdzielczości Pracy
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 2 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1978 poz. 51)

4.3. Transport. Fosforan dwupotasowy w opakowaniu wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami przewozowymi: kolejowymi i samochodowymi zgodnie z wymaganiami wg PN-70/C-80001.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości fosforanu dwupotasowego (3.2a),
- b) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2b),
- c) oznaczanie strat po suszeniu (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości arsenu (3.2j),
- k) oznaczanie zawartości sodu (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 250 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości fosforanu dwupotasowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5N,
- b) Oranż metylowy wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy przygotowany wg PN-76/C-06501 p. 2.2.28.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,0000 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 100 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 200÷250 cm³, dodać 0,2 cm³ roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego do pierwszej zmiany barwy z żółtej na cebulkową.

Zawartość fosforanu dwupotasowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,08709 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,5 N roztworu kwasu solnego, cm³,

0,08709 — ilość fosforanu dwupotasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5N roztworu kwasu solnego, g,

m — odważka badanego fosforanu dwupotasowego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników nie różniących się więcej niż o 0,2%.

Dopuszcza się przeprowadzanie oznaczania metodą potencjometryczną przy zastosowaniu do

oznaczenia punktu równoważnikowego elektrody antymonowej lub szklanej i kalomelowej.

5.3.2. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu.

5,00 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w wodzie destylowanej nie zawierającej dwutlenku węgla, dopełnić wodą do kreski i przeprowadzić pomiar za pomocą pehametru z elektrodą szklaną i kalomelową.

5.3.3. Oznaczanie strat po suszeniu. Około 2,00 g badanego fosforanu dwupotasowego odważyć w naczynku wagowym uprzednio wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g i suszyć w suszarce w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli strata masy nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a — 2 mg,

dla odczynnika cz. — 4 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 30,00 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 200 cm³ wody, ogrzewając w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Oznaczanie wykonać wg PN-54/C-04517.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,

dla odczynnika cz. — 6 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.3.5.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527, p. 2.4.1. i 2.4.2.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g fosforanu dwupotasowego cz.d.a. rozpuścić w 100 cm³ wody, umieścić w kolbie destylacyjnej pojemności 250 lub 500 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min żółte zabarwienie roztworu jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,02 mg N.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

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

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w roztworze zmętnienie jest mniej intensywne lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowa-

nego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519, p. 2.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519, p. 2.4.3.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze jest mniej intensywne lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} .

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

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 15 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+} .

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

5.3.9.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521/02, p. 3 i 4.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 15 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521/02, p.8.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego jest równa lub mniejsza od absorbancji roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.10.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04511, p. 2.2 i 2.3.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511, p. 2.4, 2.5 i 2.7.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wartość absorbancji badanej próby nie przekracza wartości absorbancji roztworu wzorcowego zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,002 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,01 mg As.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu metodą Gutzeit'a wg FP IV t. I str. 74.

5.3.11. Oznaczanie zawartości sodu

5.3.11.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04953, p. 2.3. i 2.4.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu dwupotasowego rozpuścić w 100 cm³ wody i wykonać badanie na fotometrze płomieniowym wg PN-68/C-04953, p. 2.5.

Badany fosforan dwupotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wynik pomiaru roztworu badanego nie przekracza wyniku pomiaru roztworu wzorcowego zawierającego w 100 cm³ 0,3 cm³ podstawowego roztworu wzorcowego (p. 2.4d).

6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Dopuszcza się wizualne zakończenie oznaczania wg 5.3.9.2 do 31 grudnia 1979 r.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Krajowy Związek Spółdzielni Pracy Tworzyw Sztucznych i Gumy, Kraków.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-66/CZSP/E-11/217

a) wprowadzono oznaczanie arsenu dla gatunku cz.,
b) wprowadzono potencjometryczne oznaczanie zawartości głównego składnika,

c) wprowadzono oznaczanie pH,

d) zmieniono metody oznaczania żelaza, arsenu i sodu.

Niniejsza norma zastępuje ZN-66/CZSP/E-11/217.

3. Normy i dokumenty związane

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

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

PN-63/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych

- zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2-2'-dwupirydyli
- PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
- 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
- BN-75/7671-03 Worki tkane z folii poliolefinowych
- Farmakopea Polska IV tom I
- 4. Dokumenty międzynarodowe.** Norma jest wdrożeniem RWPG PC-5593-76 Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный.
- 5. Symbol wg SWW:**
- cz.d.a. 1331-11
- cz. 1331-42