

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70 6191-93
	Odczynniki Kwas ortofosforowy 85%	
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas ortofosforowy 85-procentowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Kwas ortofosforowy ma:

- a) wzór chemiczny - H_3PO_4
b) masę cząsteczkową - 97,99 (1967 r.).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
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-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

- PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu ortofosforowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu ortofosforowego czystego do analizy:

KWAS ORTOFOSFOROWY 85% cz.d.a. BN-70/6191-93

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas ortofosforowy 85-procentowy jest cieczą przezroczystą, bezbarwną, syropowatą, łatwo rozpuszczalną w wodzie i alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd zewnętrzny i zabarwienie	przezroczysty, bezbarwny wg 5.2.1		wg 5.2.1
b) Kwasu ortofosforowego (H_3PO_4), %	84,5÷87,0	84,5÷87,0	84,5÷87,0
c) Gęstość d_{4}^{20} , g/cm ³	1,691÷1,721	1,691÷1,721	1,678÷1,721
d) Pozostałości po prażeniu, %, nie więcej niż	0,1	0,2	0,3
e) Kwasów lotnych (CH_3COOH), %, nie więcej niż	0,0012	0,0012	nie normalizuje się
f) Substancji redukujących (jako H_3PO_3), %	0,003	0,005	0,1
g) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,0006	0,001
h) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,001	0,003	0,01
i) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
j) Żelaza (Fe^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,0015	0,005
k) Arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0001	0,0002
l) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
z) Wapnia i magnezu (Ca + Mg), %, nie więcej niż	0,006	0,006	0,02

1) Symbol wg SWW dla odczynnika:

- ch.cz. 1331-432
cz.d.a. 1331-11
cz. 1331-422

Spółdzielnia Pracy Chemików „Xenon” w Łodzi
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego dnia 16 grudnia 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 sierpnia 1971 r.
(Mon. Pol. nr 14/1971 poz. 107)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas ortofosforowy należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: balony szklane pojemności 50 kg netto albo butelki ze szkła oranżowego z doszlifowanym korkiem lub polietylenowym korkiem i nakrętką, o masie netto: 500 i 1000 g.

Na opakowaniach należy umieścić nalepki dla substancji żrących.

Na życzenie odbiorców zagranicznych dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4.2. Przechowywanie. Kwas ortofosforowy należy przechowywać w opakowaniach szklanych szczelnie zamkniętych.

4.3. Transport. Do transportu stosować kryte środki przewozu.

Postanowienia odpowiednich przepisów regulujących przewóz materiałów niebezpiecznych w komunikacji krajowej i międzynarodowej powinny być bezwzględnie przestrzegane. Opakowania należy układać ściśle obok siebie, tak aby tworzyły zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem się i przemieszczaniem w czasie transportu. Wystające wewnątrz środka transportowego części - jak śruby, haki gwoździe itp. powinny być zabezpieczone albo usunięte, tak aby nie spowodowały uszkodzenia opakowań.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 500 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego i zabarwienia

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór skali jodowej przygotowany następująco: 2 g jodu i 10 g jodku potasowego rozpuścić w 100 cm³ wody. 1 cm³ tego roztworu dopełnić wodą do 1000 cm³. 100 cm³ tak otrzymanego roztworu zawiera 2 mg jodu i 10 mg jodku potasowego.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 5 cm³ badanego kwasu ortofosforowego umieścić w probówce o średnicy 10 mm.

Próbka kwasu ch.cz. i cz.d.a. oglądana wzdłuż osi próbki nie powinna się różnić od 5 cm³ wody oglądanej w takiej samej probówce.

Dla kwasu cz. zabarwienie 5 cm³ próbki nie powinno być ciemniejsze niż 5 cm³ roztworu skali jodowej.

5.2.2. Oznaczanie zawartości kwasu fosforowego

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Tymoloftaleina - wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy, przygotowany wg PN-68/C-06501.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,5 g kwasu ortofosforowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozcieńczyć w niewielkiej ilości wody w kolbie po-

miarowej pojemności 250 cm³, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Do 25 cm³ tego roztworu dodać 75 cm³ wody, 0,3 cm³ roztworu wskaźnika i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy.

Procentową zawartość kwasu ortofosforowego (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0049 \cdot 10 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,0049 - ilość kwasu ortofosforowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m - odważka badanego kwasu ortofosforowego, g

Różnica pomiędzy dwoma kolejnymi oznaczaniem nie powinna przekraczać 0,2%.

5.2.3. Oznaczanie gęstości. Gęstość kwasu ortofosforowego oznaczyć na wadze Westphala-Mohra po doprowadzeniu temperatury kwasu do 20°C.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu. Około 5 g badanego kwasu ortofosforowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g w tyglu platynowym wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość tygla odparować do uzyskania syropowatej konsystencji próbki i prażyć w piecu muflowym w temperaturze około 1000°C do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

a - masa pozostałości po prażeniu, g,

m - odważka badanego kwasu ortofosforowego, g.

5.2.5. Oznaczanie zawartości lotnych kwasów

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,02n.
- Fenoloftaleina - wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 35,5 cm³ (60 g) badanego kwasu ortofosforowego wymieszać z 75 cm³ wody w kolbie destylacyjnej zaopatrzonej w chłodnicę i odbieralnik. Oddestylować 50 cm³ roztworu. Do destylatu dodać 0,2 cm³ roztworu fenoloftaleiny i miareczkować z mikrobiurety roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia utrzymującego się co najmniej przez 15 sek.

Procentową zawartość lotnych kwasów (X_3) w prze-liczeniu na kwas octowy obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0012 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,02n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,0012 - ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,02n roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m - odważka badanego kwasu ortofosforowego, g.

5.2.6. Oznaczanie zawartości substancji redukujących

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 16-procentowy.

b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Kwas szczawiowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 60 cm^3 badanego kwasu dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. oraz 6 cm^3 dla odczynnika cz. wymieszać ze 100 cm^3 wody. Dodać 25 cm^3 roztworu kwasu siarkowego i 5 cm^3 roztworu nadmanganianu potasowego, ogrzać do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 1 min. Następnie odmiareczkować nadmiar nadmanganianu potasowego roztworem kwasu szczawiowego.

Jednocześnie wykonać ślepą próbę z tej samej ilości odczynników.

Procentową zawartość substancji redukujących (X_4) w przeliczeniu na H_3PO_3 obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0041 \cdot 100}{V_2 \cdot d}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu kwasu szczawiowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbie, cm^3 ,

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu kwasu szczawiowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm^3 ,

0,0041 - ilość H_3PO_3 odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g,

V_2 - objętość badanego kwasu, cm^3 ,

d - gęstość badanego kwasu w temperaturze 20°C, g/cm^3 .

5.2.7. Oznaczanie zawartości azotanów

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

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5 g (około 3 cm^3) badanego kwasu dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. i 2,0 g (około 1,2 cm^3) dla odczynnika cz. rozpuścić w 10 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04509

Zabarwienie badanego roztworu po upływie 5 min powinno być słabsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,025 mg NO_3^-

dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 mg NO_3^-

dla odczynnika cz. - 0,02 mg NO_3^-

5.2.8. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1 g (około 0,6 cm^3) badanego kwasu dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. i 0,5 g (około 0,3 cm^3) dla odczynnika cz. rozcieńczyć wodą do 25 cm^3 i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.1.

Opalizacja powstała w badanym roztworze oglądanym po upływie 1 godz powinna być mniejsza lub równa opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,01 mg SO_4^{2-}

dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 mg SO_4^{2-}

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

5.2.9. Oznaczanie zawartości chlorków

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

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

c) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Wzorcowy roztwór chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500 rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 5,0 g (około 3,0 cm^3) badanego kwasu dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. i 1,0 g (około 0,6 cm^3) dla odczynnika cz. zubożyć amoniakiem, dodać 4 cm^3 roztworu kwasu azotowego, dopełnić wodą do 10 cm^3 , dodać 1 cm^3 roztworu azotanu srebra i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 sposobem A.

Opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min powinna być słabsza lub równa opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,025 mg Cl^-

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Cl^-

dla odczynnika cz. - 0,01 mg Cl^-

5.2.10. Oznaczanie zawartości żelaza

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 2 g (około 1,2 cm^3) kwasu ortofosforowego dla odczynnika ch.cz. i 1,0 g (około 0,6 cm^3) dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozcieńczyć wodą do 15 cm^3 i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.1.

Zabarwienie powstałe w badanym roztworze powinno być słabsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Fe^{2+}

dla odczynnika cz.d.a. - 0,015 mg Fe^{2+}

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Fe^{2+}

Oznaczanie zawartości żelaza można przeprowadzić również przy pomocy rodanku amonowego PN-68/C-04521 p. 2.5 lub kwasu sulfosalicylowego.

5.2.11. Oznaczanie zawartości arsenu

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511 p. 2.4.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 2,5 g (około 1,5 cm³) badanego kwasu ortofosforowego rozcieńczyć wodą do 30 cm³ objętości i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511.

Zabarwienie papierka bromortęciowego w aparacie zawierającym badaną próbę powinno być słabsze lub równe zabarwieniu papierka bromortęciowego umieszczonego w aparacie zawierającym te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,0025 mg As³⁺
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,0025 mg As³⁺
- dla odczynnika cz. - 0,005 mg As³⁺

5.2.12. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

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

5.2.12.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g (około 1,2 cm³) badanego kwasu ortofosforowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. i 1,00 g (około 0,6 cm³) dla odczynnika

cz. rozcieńczyć wodą do objętości 10 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1. Zabarwienie powstałe w badanym roztworze powinno być słabsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Pb²⁺
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb²⁺
- dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb²⁺

5.2.13. Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu5.2.13.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Szczawian amonowy, cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

5.2.13.2. Wykonanie oznaczania. 3,40 g (około 2 cm³) badanego kwasu ortofosforowego dla odczynników ch.cz. i cz.d.a. oraz 1,00 g (około 0,6 cm³) dla odczynnika cz. rozcieńczyć wodą do objętości 10 cm³, dodać 20 ml roztworu amoniaku, 5 ml roztworu szczawianu i ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 1 godz.

Odczynnik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nie powstanie zmętnienie lub osad.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6191-93

1. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-66/CZSP/E-11/221, w stosunku do której wprowadzono następujące istotne zmiany:

- a) wprowadzono gatunek chemicznie czysty,
- b) zastrzono wymagania dotyczące zawartości podstawowego składnika w gatunkach ch.cz., cz.d.a. i cz.,
- c) wprowadzono oznaczenie pozostałości po prażeniu,

d) wprowadzono znowelizowane normy ogólne wg metod przyjętych w zaleceniu unifikacyjnym RWPg,

e) zmieniono opakowanie, zgodnie ze znowelizowaną normą.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia normalizacyjnego PC-1135-67 Реактивы. Кислота фосфорная 85%-ная.