

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Odczynniki	6191-104
	Wodorotlenek potasowy	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wodorotlenek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Wodorotlenek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny KOH,
- b) masę cząsteczkową 56,11 (1961 r.).

1.2. Normy związane

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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-04522 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości kwasu krzemowego w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach trans-

portowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-70/5043-01 Hoboki uniwersalne

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki wodorotlenku potasowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia wodorotlenku potasowego czystego do analizy:

WODOROTLENEK POTASOWY cz.d.a. BN-72/6191-104
SWW 1331-111

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Wodorotlenek potasowy powinien mieć postać białych granulek, dobrze rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wodorotlenku potasowego, %, nie mniej niż	85	85
b) Węglanów w przeliczeniu na K_2CO_3 , %, nie więcej niż	1,5	1,5
c) Chlorków jako Cl^- , %, nie więcej niż	0,004	0,01
d) Siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} , %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Krzemionki w przeliczeniu na kwas krzemowy (SiO_2), %, nie więcej niż	0,005	0,01
f) Fosforanów w przeliczeniu na PO_4^{3-} , %, nie więcej niż	0,001	0,003
g) Azotu całkowitego, %, nie więcej niż	0,001	0,001
h) Metali ciężkich jako Pb, %, nie więcej niż	0,001	0,002

¹⁾ Symbole wg SWW: cz.d.a. 1331-111,
cz. 1331-425.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenie Przemysłu Organicznego „Organika” dnia 29 kwietnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1973 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 8/1972, poz. 14)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
i) Żelaza jako Fe^{3+} , %, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Glinu jako Al^{3+} , %, nie więcej niż	0,002	0,01
k) Wapnia jako Ca^{2+} , %, nie więcej niż	0,001	0,003

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Wodorotlenek potasowy należy pakować zgodnie z PN-70/C-80001. Jako opakowania transportowe należy stosować hoboki uniwersalne pojemności 50 l ze zdejmowaną pokrywą wg BN-70/5043-01 na zawartość 50 kg wodorotlenku cz. z wewnętrzną wkładką polietylenową o grubości folii 0,1 ÷ 0,2 mm w postaci worka, o wymiarach zgodnych z PN-64/O-79021. Worki polietylenowe zamykać przez wiązanie, natomiast pokrywa powinna być umocowana na bębnie przy użyciu pierścienia zaciskowego, z zamkiem dźwigniowym. Wymiary gabarytowe bębna: średnica 400 mm, wysokość 510 mm. Wymiary worka: szerokość 640 mm, długość 1000 mm.

Jako opakowanie jednostkowe należy stosować słoiki z polietylenu z nakrętką z tworzywa sztucznego lub słoiki ze szkła oranżowego z podkładką polietylenową i nakrętką z tworzywa sztucznego.

Masa opakowania netto dla wodorotlenku potasowego cz. — 500 g, 1 kg i 50 kg, wodorotlenku potasowego cz.d.a. — 250 g, 500 g i 1 kg.

Znakowanie opakowań jednostkowych wykonać zgodnie z PN-67/O-79251, a transportowych wg PN-67/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę preparatu,
- nazwę i znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- znak KJ, numer partii i datę produkcji,
- masę netto,
- napis ostrzegawczy „Uwaga — żrące”.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania. W przypadku eksportu opakowanie i znakowanie należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

Wodorotlenek potasowy należy zaliczyć do V klasy niebezpieczeństwa RID IX.

4.2. Przechowywanie. Wodorotlenek potasowy należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach o wilgotności względnej nie większej niż 70%, na podkładach lub paletach drewnianych. Wysokości składowania nie ogranicza się pod warunkiem zachowania trwałej równowagi stosów. Wodorotlenek potasowy należy znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

4.3. Transport. Wodorotlenek potasowy należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportu w opakowaniu wg 4.1. Przy przewozie koleją należy ładować do granic całkowitego wykorzystania wagonu, zabezpieczając opakowanie przed przemieszczaniem się w czasie transportu według przepisów kolejowych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek — wg PN/C-80047.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić najmniej 500 g.

5.2. Przygotowanie roztworu wodorotlenku potasowego do oznaczeń. Do przygotowania roztworu oraz do wykonywania wszystkich analiz podanych w niniejszej normie należy stosować wodę destylowaną wolną od CO_2 , przygotowaną wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.

W zamkniętym naczyniu wagowym odważyć około 100 g badanego wodorotlenku potasowego z dokładnością do 0,001 g, następnie przenieść do kolby pomiarowej z doszlifowanym korkiem pojemności 500 cm^3 , dodać wody destylowanej wolnej od CO_2 , rozpuścić, ochłodzić i dopełnić do kreski.

5.3. Rodzaje badań

- Oznaczanie zawartości wodorotlenku potasowego,
- Oznaczanie zawartości węglanów w przeliczeniu na węglan potasowy,
- Oznaczanie zawartości chlorków,
- Oznaczanie zawartości siarczanów,
- Oznaczanie zawartości krzemionki,
- Oznaczanie zawartości fosforanów,
- Oznaczanie zawartości azotu całkowitego,
- Oznaczanie zawartości metali ciężkich,
- Oznaczanie zawartości żelaza,
- Oznaczanie zawartości glinu,
- Oznaczanie zawartości wapnia.

¹⁾ Patrz informacje dodatkowe.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości wodorotlenku potasowego

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- Woda destylowana wolna od CO_2 .
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm^3 odmierzyć pipetą 10 cm^3 roztworu przygotowanego wg 5.2 (2 g KOH), dodać 100 cm^3 wody, 5 kropel oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego do zmiany barwy roztworu z żółtej na różową.

Całkowitą alkaliczność w przeliczeniu na wodorotlenek potasowy (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,05611 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 1n roztworu kwasu solnego zużyta do miareczkowania, cm^3 ,

m — odważka preparatu, g,

0,05611 — ilość wodorotlenku potasowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1n roztworu kwasu solnego, g.

Zawartość wodorotlenku potasowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = X_1 - X_3 \quad \frac{56,11}{69,105}$$

w którym:

X_1 — całkowita alkaliczność, %,

X_3 — zawartość węglanu potasowego oznaczona wg 5.3.2, %.

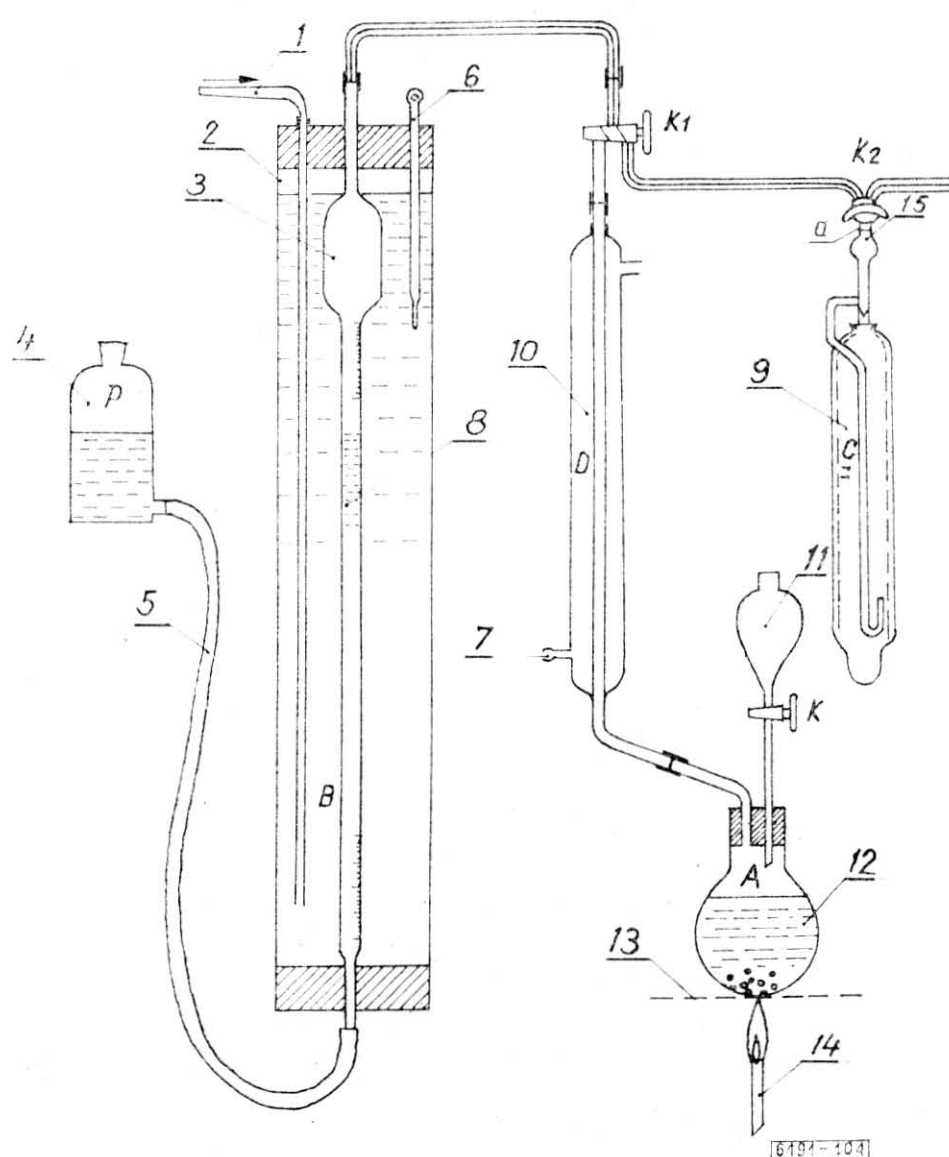
5.4.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 wartości bezwzględnej.

5.4.2. Oznaczanie zawartości węglanu potasowego metodą gazometryczną

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Woda destylowana wolna od CO_2 .
- Kwas solny cz. (1,18).
- Chlorek sodowy cz., roztwór przygotowany w następujący sposób: 263 g chlorku sodowego rozpuścić w wodzie, dodać 6 cm^3 kwasu siarkowego i kilka kropel roztworu oranżu metylowego w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 . Całość wymieszać i uzupełnić wodą do kreski.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 6n.

5.4.2.2. Aparatura — wg rysunku.



Przyrząd do oznaczania zawartości węglanów w wodorotlenkach

1 — rurka szklana doprowadzająca sprężone powietrze do termostatu, 2 — termostacyjny cylinder wypełniony wodą, 3 — bańka pojemności 100 cm^3 , 4 — naczynie wyrównawcze, zawierające kwaśny i zabarwiony roztwór chlorku sodowego, 5 — rurka gumowa $4/8 \text{ mm}$, 6 — termometr o zakresie $10 \div 30^\circ\text{C}$ z podziałką co $0,5$, 7 — doprowadzenie zimnej wody do chłodnicy D, 8 — biureta 100 cm^3 z podziałką co $0,2 \text{ cm}^3$, 9 — absorber do aparatu Orsata wypełniony roztworem wodorotlenku sodowego, 10 — chłodnica, 11 — rozdzielacz pojemności 50 cm^3 , 12 — kolba reakcyjna okrągłodenna pojemności 150 cm^3 , 13 — siatka azbestowa, 14 — palnik gazowy, 15 — kreska wskazująca

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Czystą aparaturę należy zestawić wg rysunku. Biuretę gazową B uzupełnić roztworem chlorku sodowego do kranu K_1 . Do absorbera C nalać roztworu wodorotlenku sodowego aż do kreski a. Roztwór ten należy zmieniać po każdym stu oznaczeniach. Zamknąć krany K_1 i K_2 . Do kolby A przenieść 10 g badanego preparatu rozpuszczając go w 40 cm^3 wody nie zawierającej kwasu węglowego. Następnie w kolbie A umieścić 3 szklane lub porcelanowe kulki ($d = 2 \text{ mm}$) i kilka kawałków pumeksu mniej więcej tych samych rozmiarów. Otwierając kran K i opuszczając naczynie P, połączyć gazową biuretę B z kolbą A. Do kolby A dodać 35 cm^3 kwasu solnego przez wkraplacz, uważając aby nie było strat CO_2 . Po ukończeniu wydzielania się CO_2 roztwór kwasu powinien być około 2n.

Zawartość kolby *A* podgrzać do wrzenia i gotować 5 min, przepuszczając równocześnie zimną wodę przez chłodnicę *D*. Dodając kwaśny roztwór chlorku sodowego przez wkraplacz i opuszczając naczynie *P*, zwiększyć poziom cieczy w kolbie i rurce chłodnicy do kranu *K*. Następnie zamknąć kran *K*₁.

Po 5 min zmierzyć objętość gazu *V*_o przy ciśnieniu atmosferycznym *p* i przy temperaturze wody *t* w cylindrze termostatycznym. W tym celu naczynie *P* ustawić tak, aby menisk roztworu chlorku sodowego był na poziomie menisku cieczy w biurecie gazowej. Następnie otwierając krany *K*₁ i *K*₂ połączyć biuretę *B* z absorberem *C* i podnosząc naczynie *P* przetłoczyć cały gaz do absorbera. Nie zaabsorbowany gaz przetłoczyć z powrotem do biurety gazowej *B*, opuszczając naczynie *P* tak długo, aż poziom roztworu w absorberze *C* osiągnie kreskę *a*.

Następnie zamknąć kran *K*₂ i zmierzyć objętość pozostałego gazu *V*. Czynność tę powtarzać do momentu otrzymania stałej objętości gazu w biurecie gazowej. Różnica objętości (*V*_o—*V*) odpowiada objętości CO₂, wydzielonej z odważki badanego wodorotlenku potasowego.

Zawartość węglanu potasowego (*X*₃) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = (V_o - V) \cdot \frac{273}{273 + t} \cdot \frac{P_a - p}{760} \cdot 0,0019768 \cdot \frac{138,211}{44,011} \cdot \frac{100}{m} = \frac{V_o - V}{m} \cdot 0,223 - \frac{P_a d -}{273 + t}$$

w którym:

*V*_o — objętość gazu przed absorpcją dwutlenku węgla, cm³,

V — objętość gazu po absorpcji dwutlenku węgla, cm³,

t — temperatura wody w cylindrze termostatycznym, °C,

*P*_a — ciśnienie atmosferyczne podczas oznaczania, mm Hg,

p — ciśnienie par roztworu chlorku sodowego przy temperaturze wody w termostatycznym cylindrze wyrażone w mm Hg znaleźć wg tablicy dla temperatur 10 ÷ 30°C.

<i>t</i> , °C	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30
<i>p</i> , mm Hg	8	9	10	11	12	14	16	18	20	22	24

0,0019768 — współczynnik przeliczeniowy, objętości dwutlenku węgla w cm³ na zawartość dwutlenku węgla, g,

138,211

44,011

— współczynnik przeliczeniowy masy dwutlenku węgla na masę węglanu potasowego,

m — odważka badanego preparatu, g.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,1 wartości bezwzględnej.

5.4.3. Oznaczanie zawartości chlorków. Do oznaczania pobrać 1 cm³ (0,2 g) roztworu wodorotlenku potasowego przygotowanego wg 5.2. Dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04518. Stosować roztwór wzorcowy, którego 1 cm³ zawiera 0,01 mg Cl⁻. Do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,008 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Cl⁻.

5.4.4. Oznaczanie zawartości siarczanów. Do zlewki pojemności 100 cm³ pobrać 20 cm³ (4 g) roztworu wodorotlenku potasowego cz.d.a. i 5 cm³ (1 g) roztworu wodorotlenku potasowego cz. przygotowanych wg 5.2, zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu solnego wobec papierka uniwersalnego. Przebrać do cylindra kolorymetrycznego, zlewkę spłukać 10 cm³ wody i dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04519 p. 2.4.3. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz. d.a. — 0,08 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg SO₄²⁻.

5.4.5. Oznaczanie zawartości krzemionki. Do kolby stożkowej pojemności 100 cm³ odważyć 1 g wodorotlenku potasowego, rozpuścić w 10 cm³ wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego i rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm³. Dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04522 p. 2.5.1. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SiO₂,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg SiO₂.

5.4.6. Oznaczanie zawartości fosforanów. Pobrać 5 cm³ (1 g) badanego roztworu wodorotlenku potasowego przygotowanego wg 5.2, wlać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 10 cm³ wody i zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka wskaźnikowego. Dalej postępować wg PN-68/C-04503 p. 2.2.4. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg PO₄³⁻,

dla odczynnika cz. — 0,03 mg PO₄³⁻.

5.4.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego — wg PN-68/C-04527 p. 2.4. Do oznaczania pobrać 20 cm³ (4 g) roztworu przygotowanego wg 5.2. Stosować roztwór wzorcowy, którego 1 cm³ za-

wiera 0,01 mg N. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg N.

Roztwór porównawczy rozcieńczyć wodą do 50 cm³ i dalej postępować jak z badaną próbką. Roztwór porównawczego nie należy destylować.

5.4.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem. Do zlewki pojemności 100 cm³ pobrać 25 cm³ (5 g) roztworu przygotowanego wg 5.2. Dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04515. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynników cz.d.a. — 0,05 mg Pb⁺,

dla odczynników cz. — 0,1 mg Pb⁺.

5.4.9. Oznaczanie zawartości żelaza. Pobrać 25 cm³ (5 g) badanego roztworu wodorotlenku potasowego przygotowanego wg 5.2, zakwasić roztworem kwasu solnego do pH około 2 wobec papierka wskaźnikowego. Następnie postępować wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe³⁺.

Oznaczanie żelaza może być przeprowadzone metodą rodankową wg PN-68/C-04521 p. 2.5.

5.4.10. Oznaczanie zawartości glinu

5.4.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

b) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

c) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Aluminon, 0,1-procentowy (roztwór nie-trwały).

e) Czerwień Kongo roztwór przygotowany w następujący sposób: 0,1 g Czerwieni Kongo rozpuścić w 10 cm³ 96-procentowego alkoholu, uzupełnić wodą do objętości 100 cm³.

f) Papierki wskaźnikowe uniwersalne.

g) Roztwór wzorcowy glinu przygotowany wg PN-68/C-06500. 1 cm³ tego roztworu zawiera 1 mg Al³⁺.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. 5 cm³ badanego roztworu zobojętnić roztworem kwasu sol-

nego do pH około 3,5 w obecności Czerwieni Kongo do pojawienia się niebieskofioletowego zabarwienia i odczytać objętość roztworu kwasu solnego zużytego do zobojętnienia. Do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 cm³ przenieść 5 cm³ roztworu badanego, co odpowiada 1 g wodorotlenku potasowego i dodać konieczną ilość kwasu solnego określoną podanym badaniem.

Wartość pH roztworu sprawdzić papierkiem wskaźnikowym uniwersalnym. Po ochłodzeniu roztworu dodać stopniowo 10 cm³ roztworu octanu amonowego, 2 cm³ roztworu kwasu octowego i 1 cm³ roztworu aluminonu. Po dodaniu roztworu każdego odczynnika roztwór wymieszać. Roztwór uzupełnić wodą do 50 cm³ i ponownie wymieszać.

Obserwowane po 15 min zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienia roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Al³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,10 mg Al³⁺.

5.4.11. Oznaczanie zawartości wapnia

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, roztwór 10-procentowy,

b) Szczawian amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.

c) Chlorek wapniowy, stężony roztwór wzorcowy przygotowany w następujący sposób: 5,48 g CaCl₂ · 6H₂O rozpuścić w wodzie i dopełnić do 1000 cm³. 10 cm³ tak przygotowanego roztworu rozcieńczyć wodą do 100 cm³. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Ca²⁺.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Do przesączu otrzymanego przy oznaczaniu zawartości substancji strącanych amoniakiem dodać 2 cm³ roztworu szczawianu amonowego i rozcieńczyć wodą do 500 cm³. Roztwór dobrze wymieszać i podgrzać do wrzenia.

Badany wodorotlenek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli strącony osad nie będzie większy od osadu powstałego w roztworze zawierającym w tej samej objętości 33 g chloru potasowego nie zawierającego wapnia, te same ilości amoniaku, szczawianu amonowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,25 mg Ca²⁺,

dla odczynnika cz. — 0,75 mg Ca²⁺.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6191-104

1. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 1727-69 — norma zgodna w zakresie wymagań i metod badań.

2. Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27 ust. 4 pkt. 4 DKP).

3. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-62/MPCh/OE-5117.

Errata do BN-72/6191-104

Na str. 4, łam lewy we wzorze jest: $X_3 = (V_0 - V) - \frac{273}{273} t -$
 $-\frac{P_a - p}{760} \cdot 0,0019768 \cdot \frac{138,211}{44,011} \cdot \frac{100}{m} = \frac{V_0 - V}{m} \cdot 0,223 -$
 $-\frac{P_a d}{273 + t}$

powinno być:

$$X_3 = (V_0 - V) - \frac{273}{273} t - \frac{P_a - p}{760} \cdot 0,0019768 \cdot \frac{138,211}{44,011} \cdot \frac{100}{m} = \frac{V_0 - V}{m} \cdot 0,223 - \frac{P_a d}{273 + t}$$