

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki	6191-153
	Pirosiarczyn potasowy (Dwusiarczyn potasowy)	Zamiast BN-78/6191-153
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest pirosiarczyn potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Pirosiarczyn potasowy, ma:

- a) wzór chemiczny: $K_2S_2O_5$,
- b) masę molową: 222,33 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki pirosiarczynu potasowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia pirosiarczynu potasowego czystego do analizy:

PIROSIARCZYN POTASOWY cz.d.a. BN-88/6191-153

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Pirosiarczyn potasowy powinien mieć postać białego krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie, trudno rozpuszczalnego w alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość pirosiarczynu potasowego ($K_2S_2O_5$), % (m/m), nie mniej niż	96	95
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), % (m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
d) Metali ciężkich (j. Pb^{2+}), % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,003
e) Żelaza (Fe^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Arsenu (As^{3+}), % (m/m), nie więcej niż	0,00005	0,0001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Pirosiarczyn potasowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego wg BN-84/6833-23 z nakrętką z tworzywa sztucznego polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto: 250, 500, 1000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, za zgodą odbiorcy i przewoźnika, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06 odporne na narażenia mechaniczne wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 3 i odmiany 1.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001, umieszczając dodatkowo:

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.4,

b) liczbę warstw składowania dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy,

c) liczbę warstw ładowania dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową i miał wysokość najwyżej 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Pirosiarczyn potasowy należy przechowywać w opakowaniach wg 4.2 w krytych i su-

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”

Ustanowiona przez Instytut Chemii Przemysłowej dnia 15 marca 1988 r.

jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1989 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 8/1988, poz. 20)

chych pomieszczeniach o zawartości wilgoci poniżej 50%, zabezpieczany przed wpływami atmosferycznymi w temperaturze pokojowej, liczba warstw dla skrzynek drewnianych — 4 warstwy.

Okres gwarancji: 6 miesięcy.

4.5. Transport. Pirosiarczyn potasowy nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR, opakowany wg 4.2 może być transportowany dowolnym środkiem transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi lub samochodowymi¹⁾, liczba warstw w transporcie dla skrzynek drewnianych — 3 warstwy.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości pirosiarczynu potasowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Próbki odczynnika cz. należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej — równą sumie mas wszystkich próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 161	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny pirosiarczynu potasowego sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w wodzie sprawdzić wg 5.3.4.

5.3.3. Oznaczanie zawartości pirosiarczynu potasowego ($K_2S_2O_5$)

5.3.3.1. Zasada metody polega na utlenieniu jonu pirosiarczynowego jodem, w kwaśnym środowisku.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Jod, roztwór o $c(I_2) = 0,1$ mol/l.
- Tiosiarczan sodowy roztwór o $c(Na_2S_2O_3) = 0,1$ mol/l.

c) Kwas solny cz.d.a. 25% (m/m).

d) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1,0% (m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.61.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,12 g badanego pirosiarczynu potasowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, z doszlifowanym korkiem, zawierającej 50 ml roztworu jodu, 30 ml wody i 5 ml roztworu kwasu solnego, kolbę zamknąć korkiem i mieszając doprowadzić do rozpuszczenia.

Nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarczynu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania około 2 ml roztworu skrobi. Jednocześnie wykonać badanie kontrolne, miareczkując roztworem tiosiarczynu sodowego roztwór, zawierający 50 ml roztworu jodu, 30 ml wody i 5 ml roztworu kwasu solnego.

5.3.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość pirosiarczynu potasowego (X) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,005558 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,5558}{m}$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu tiosiarczynu sodowego o $c(Na_2S_2O_3) = 0,1000$ mol/l zużytego do miareczkowania kontrolnej próby, ml,

V — objętość roztworu tiosiarczynu sodowego o $c(Na_2S_2O_3) = 0,1000$ mol/l zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m — odważka badanego pirosiarczynu potasowego, g,

0,005558 — ilość $K_2S_2O_5$ odpowiadająca 1 ml roztworu jodu, o $c(I_2) = 0,1000$ mol/l, g.

5.3.3.5. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,25%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 30 g badanego pirosiarczynu potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 300 ml ciepłej wody, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 1,5 mg,

dla odczynnika cz. — 3 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1 oraz nadtlenek wodoru roztwór 30-procentowy.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego pirosiarczynu potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml i rozcieńczyć wodą do kreski. Pobrać 20 ml roztworu (równe 0,2 g preparatu), umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml, następnie dodać 0,5 ml roztworu nadtlenu wodoru, 0,2 ml roztworu kwasu azotowego. Przykryć szkiełkiem zegarkowym, zagotować na płytce elektrycznej i przez dalsze 5 min gotować.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Po ochłodzeniu roztwór doprowadzić do objętości 25 ml i dodać 1 ml roztworu azotanu srebra. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.2 sposób A.

Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Cl^- .

5.3.6. Oznaczenie zawartości metali ciężkich

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny (1,19) i roztwór 25% (m/m).
- Gliceryna.
- Octan amonowy.
- Tioacetamid roztwór 4% (m/m), trwały w ciągu 3 dni.

e) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

f) Roztwór buforowy o $\text{pH} = 3,5$ przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 200 ml odważyć 50,00 g octanu amonowego, dodać 50 ml wody, 70,0 ml roztworu kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać.

g) Tioacetamid odczynnikowy roztwór przygotowany w następujący sposób: 2,0 ml roztworu tioacetamidu i 10,0 ml roztworu mieszaniny wodorotlenku sodowego i gliceryny wg h) wprowadzić do próbki, wymieszać i ogrzewać w łaźni wodnej w ciągu 20 s. Roztwór należy każdorazowo przygotować bezpośrednio przed dodaniem do roztworu badanego.

h) Mieszanina wodorotlenku sodowego i gliceryny, przygotowana w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 100 ml przenieść 15 ml roztworu wodorotlenku sodowego, 5 ml wody, 20 ml gliceryny i dobrze wymieszać.

i) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1 i rozcieńczony wodą (10+990). 1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego pirosiarczyny potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10 ml wody w zlewce pojemności 100 ml, dodać 2 ml kwasu solnego (1,19) odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha i ogrzewać w ciągu 15 min na kuchence elektrycznej. Pozostałość rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5,0 ml roztworu buforowego i wymieszać.

Następnie dodać 3,0 ml ogrzanego odczynnikowego roztworu tioacetamidu, wymieszać i porównać powstałe ściemnienie po upływie 2 min.

Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe ściemnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

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

dla gatunku cz. — 0,03 mg Pb^{2+} .

5.3.7. Oznaczenie zawartości żelaza Fe^{3+}

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory wg PN-81/C-04521/03 p. 4 oraz kwas solny o gęstości $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego pirosiarczyny potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10 ml wody w zlewce pojemności 50 ml, dodać ostrożnie 2 ml kwasu solnego (1,19) i odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Po oziębieniu, pozostałość rozpuścić w 20 ml wody zakwaszonej 2 ml kwasu solnego (1,12) i dalej wykonać wg PN-81/C-04521/05 p. 7 lub 8.

Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

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

dla gatunku cz. — 0,02 mg Fe^{3+} .

5.3.8. Oznaczenie zawartości arsenu As^{3+}

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz kwas azotowy stężony o gęstości $\rho (\text{HNO}_3) = 1,3 \text{ g/ml}$. Kwas siarkowy stężony o gęstości $\rho (\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego pirosiarczyny potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do parownicy szklanej, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 15 ml kwasu azotowego (1,3), 1 ml kwasu siarkowego (1,84) i odparować do sucha na łaźni wodnej, dalej wykonać wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6. Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie krążka nasyczonego roztworem bromku rtęciowego, w badanej próbie nie będzie silniejsze, od zabarwienia wywołanego przez roztwór porównawczy przygotowany w tym samym czasie i zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników co roztwór badany oraz:

dla gatunku cz.d.a. — 0,0025 mg As^{3+} ,

dla gatunku cz. — 0,005 mg As^{3+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/6191-153. Znowelizowano metody badań, wprowadzając nowe normy związane.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem liocyjanianu (rodanku) amonowego
- PN-81/C-04521/05 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem kwasu sulfosalicylowego
- PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukcyjnych (redoks)
- PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-87/C-80001. Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie, jednopłytowe, czterowieściowe bez skrzydeł drewnianych, 800×1200-EUR
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania
- PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowania. Wymagania podstawowe
- BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych
- BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych
- Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz.U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)
- Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)
- Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz.TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami.
- Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1986 r.)
- 4. Symbol wg SWW**
dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,
dla gatunku cz. — 1331-42.
- 5. Autor projektu normy** — mgr Zofia Pacuła Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”.