

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-157
	Fosforan jednopotasowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

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

Fosforan jednopotasowy ma:

- a) wzór chemiczny KH_2PO_4 ,
- b) masę cząsteczkową 136,09 (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 jednopotasowego oznaczone jako:

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

2.2. Przykład oznaczenia fosforanu jednopotasowego czystego do analizy:

FOSFORAN JEDNOPOTASOWY cz.d.a.
BN-78/6191-157

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fosforan jednopotasowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie, słabo higroskopijnych.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Fosforan jednopotasowy 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 jednopotasowego (KH_2PO_4), %, nie mniej niż	99,5	99,0
b) pH 5-procentowego roztworu	4,5÷4,7	4,2÷4,7
c) Straty po suszeniu, %, nie więcej niż	0,5	1
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Substancji strącalnych amoniakiem, %, nie więcej niż	0,01	0,01
f) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,01
g) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,005
h) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,003	0,01
i) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
j) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,002	0,003
k) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0002	0,002
l) Sodu (Na^+), %, nie więcej niż	0,02	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 wymiarowego systemu opakowań.

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

4.2. Przechowywanie. Fosforan jednopotasowy 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 jednopotasowy 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 jednopotasowego (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 substancji strącalnych amoniakiem (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),
- k) oznaczanie zawartości arsenu (3.2k),
- l) oznaczanie zawartości sodu (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 300 g.

5.3 Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości fosforanu jednopotasowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5N.
- b) Błękit tymolowy, wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy wg PN-76/C-06501 p. 2.2.5.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,0000 g fosforanu jednopotasowego rozpuścić w 100 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 200÷250 cm³, dodać 0,2 cm³ roztworu błękitu tymolowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do niebieskiego zabarwienia.

Zawartość fosforanu jednopotasowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,06805 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,06805 — ilość fosforanu jednopotasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m — odważka badanego fosforanu jednopotasowego, g.

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

Dopuszcza się przeprowadzanie oznaczania metodą potencjometryczną, stosując do oznaczania punktu równoważnikowego elektrodę antymonową lub szklaną i kalomelową.

5.3.2. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego. 5,00 g badanego fosforanu jednopotasowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w wodzie destylowanej nie zawierającej dwutlenku węgla, dopełnić wodą do kreski i przeprowadzić oznaczanie pH na pehametrze z elektrodą szklaną i kalomelową.

5.3.3. Oznaczanie strat po suszeniu. 2,00 g badanego fosforanu jednopotasowego odważyć w naczynku wagowym wysuszonym uprzednio do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g i suszyć w suszarce w temperaturze 110°C w ciągu 1 godz.

Zawartość strat po suszeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_1 — masa strat po suszeniu, g,

m — odważka badanego fosforanu jednopotasowego, g.

5.3.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory. Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1N.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 50,00 g badanego fosforanu jednopotasowego rozpuścić w 450 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego i ogrzewać pod przykryciem na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 1 godz. Następnie roztwór przesączyć przez tygiel Schotta G4, uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 105°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Pozostałość w tyglu przemyć 150 cm³ gorącej wody i wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105°C. Przesącz (bez wody z przemycia) zebrać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski, i pozostawić do oznaczenia wg 5.3.5.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości substancji strącalnych amoniakiem

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Azotan amonowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Do 200 cm³ roztworu otrzymanego wg 5.3.4.2 (odpowiadające

go 2 g preparatu) dodać 20 cm³ roztworu amoniaku i pozostawić na 12 godz.

Wytrącony osad przesączyć przez sącze ilościowy, przemyć gorącym roztworem azotanu amonowego, wysuszyć i wyprażyć do stałej masy w temperaturze około 900°C.

Badany fosforan jednopotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,

dla odczynnika cz. — 2 mg.

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 badanego fosforanu jednopotasowego rozpuścić w 10 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany fosforan jednopotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w roztworze zmętnienie 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. — 0,01 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl⁻.

5.3.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

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

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego fosforanu jednopotasowego dla odczynnika cz.d.a. i 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 100 cm³ wody. Dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany fosforan jednopotasowy 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:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg N.

5.3.8. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

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

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

Badany fosforan jednopotasowy 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. — 0,03 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO₄²⁻.

5.3.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

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

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu jednopotasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany fosforan jednopotasowy 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 Pb²⁺,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Pb²⁺.

5.3.10. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

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

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu jednopotasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521/02 p. 8.

Badany fosforan jednopotasowy 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. — 0,02 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,03 mg Fe³⁺.

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu

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

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

Badany fosforan jednopotasowy 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. — 0,02 mg As.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu metodą Gutzeit'a wg FP IV tom str. 74.

5.3.12. Oznaczanie zawartości sodu

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

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

Badany fosforan jednopotasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wynik pomiaru roztworu badanego nie przekracza wyniku pomiaru roz-

tworu wzorcowego zawierającego w 100 cm³ 0,2 cm³ podstawowego roztworu wzorcowego (p. 2.4d).

6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Dopuszcza się wizualne zakończenie oznaczania wg 5.3.10.2 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-11/216.

a) zmieniono wymagania dopuszczalnych strat po suszeniu,

b) zmniejszono dopuszczalną zawartość siarczanów oraz wprowadzono oznaczanie azotu ogólnego i arsenu dla gatunku cz.,

c) wprowadzono potencjometryczne oznaczanie zawartości głównego składnika,

d) zmieniono metody oznaczania zawartości żelaza, arsenu i sodu.

Niniejsza norma zastępuje normę ZN-66/CZSP/E-11/216

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-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-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-5592-76 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный

5. Symbol wg SWW:

cz.d.a. 1331-11

cz. 1331-42