

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki	6191-125
	Siarczan potasowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan potasowy ma:

- wzór chemiczny — K_2SO_4 ,
- masę cząsteczkową — 174,27.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala trzy gatunki siarczanu potasowego, oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu potasowego chemicznie czystego:

SIARCZAN POTASOWY ch.cz. BN-74/6191-125

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan potasowy powinien mieć postać białych lub bezbarwnych przezroczystych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość siarczanu potasowego (K_2SO_4), %/o, nie mniej niż	99,5	99	99
b) pH 5-procentowego roztworu	5,5÷8,0	5,5÷8,0	nie normalizuje się

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %/o, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
d) Chlorków (Cl^-), %/o, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
e) Ogólnego azotu (N), %/o, nie więcej niż	0,001	0,002	0,004
f) Żelaza (Fe^{3+}), %/o, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
g) Wapnia (Ca^{2+}), %/o, nie więcej niż	0,01	0,02	0,05
h) Magnezu (Mg^{2+}), %/o, nie więcej niż	0,002	0,004	0,01
i) Metali ciężkich strącanych siarkowodem (Pb^{2+}), %/o, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
j) Sodiu (Na^+), %/o, nie więcej niż	0,02	0,03	0,15
k) Arsenu (As), %/o, nie więcej niż	0,0001	0,0002	0,0004

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan potasowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemiczną odporną uszczelką lub podkładką teksturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 g, 50 kg.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 12 sierpnia 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1975 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 33/1974 poz. 110)

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie średniej próbki laboratoryjnej.

Średnią próbkę laboratoryjną pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 400 g.

5.2. Opis i wykonanie badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości siarczanu potasowego (K_2SO_4)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana, nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana wg PN-68/C-06500.

b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Kationit KU-1 lub KU-2 lub Amberlit IR-120.

d) Kwas solny cz.d.a. (1,18), roztwór 1+2.

e) Oranż metylowy wsk., roztwór 0,1-procentowy.

f) Wodorotlenek potasowy lub sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 n.

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

h) Fenoloftaleina wsk., roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.1.2. Przygotowanie kationitu. Kationit odsiać od płynu i grubych części, stosując do analizy kationit o granulacji od 0,3÷1,5 mm.

W celu oddzielenia od substancji mineralnych i przeprowadzenia kationitu w formę wodorową, należy kationit umieścić w zlewce lub kolbce i parę razy ogrzewać do 50÷60°C z roztworem kwasu solnego, zlewając każdorazowo roztwór z nad warstwy kationitu i badając na zawartość żelaza (Fe^{3+}) do momentu uzyskania ujemnej reakcji na jony Fe^{3+} (próba z rodankiem amonowym).

Następnie kationit odmyć całkowicie wodą od jonów Cl^- (próba z azotanem srebra) i odsączyć na sączku Büchnera.

Przechowywać w słoiku z doszlifowanym korkiem.

5.2.1.3. Przygotowanie kolumny. Należy stosować kolumny szklane. Kolumnę napełnić wodą, zanurzając dolny koniec kolumny w wodzie, górny koniec kolumny zamknąć korkiem z rurką szklaną, przez którą zassać wodę.

Należy całkowicie pozbyć się banieczek powietrza. Następnie do kolumny wsypać małymi porcjami kationit do wysokości 100 mm słupa.

Bezpośrednio przed przepuszczeniem badanego roztworu kolumnę przemyć wodą do reakcji obojętnej wobec oranżu metylowego.

Nadmiar wody zlać pozostawiając nad kationitem warstwę wody wysokości 1 cm.

Należy uważać, ażeby przy analizie w warstwie kationitu nie było banieczek powietrza. Ilość kationitu w kolumnie o wysokości około 100 mm przy średnicy 18÷20 mm nadaje się do oznaczania 5÷6 miligramorównoważników substancji, przy stężeniu roztworu nie wyższym niż 0,1 n.

5.2.1.4. Wykonanie oznaczania. Odważkę badanego siarczanu potasowego umieścić w zlewce pojemności 75÷100 cm³, rozpuścić w 50 cm³ wody i wymieszać. Otrzymany roztwór przepuszczać z prędkością 4÷6 cm³/1 min przez kolumnę wypełnioną kationitem w formie wodorowej.

Zlewkę, w której rozpuszczano preparat, przemyć wielokrotnie małymi porcjami wody (łącznie 100 cm³ wody). Wody z przemywania przepuścić przez kolumnę z taką samą prędkością, z jaką przepuszczano badany roztwór, przy czym każdą nową porcję wlewać dopiero wtedy do kolumny, gdy poprzednia spłynie tak, że nad kationitem pozostanie tylko 1-centymetrowa warstwa płynu.

Roztwór i wodę z przemycia zbierać do kolby stożkowej pojemności 300÷350 cm³.

Następnie przez kolumnę przepuścić 25 cm³ wody i sprawdzić reakcję wycieku wobec oranżu metylowego — nie powinna być kwaśna. Otrzymaną w reakcji wymiany równoważną ilość kwasu miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec 8÷10 kropli roztworu fenoloftaleiny.

Zawartość siarczanu potasowego należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,008713 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,8713}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,008713 — ilość siarczanu potasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego, g,

m — odważka badanego preparatu, g.

5.2.2. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego siarczanu potasowego rozpuścić w 100 cm³ wygotowanej wody i wykonać oznaczenie elektrometrycznie.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy dla gatunków ch.cz. i cz.d.a., jeżeli pH otrzymanego roztworu będzie się mieścić w granicach 5,5÷8,0.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego siarczanu potasowego rozpuścić w 500 cm³ gorącej wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.cz. — 2,5 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 5,0 mg,
- dla odczynnika cz. — 10,0 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego siarczanu potasowego rozpuścić w wodzie i dopełnić objętość roztworu wodą do 50 cm^3 . Roztwór przesączyć przez bezpopiołowy sącdek uprzednio przemyty 1-procentowym gorącym roztworem kwasu azotowego.

Pobrać 25 cm^3 przesączu (2 g preparatu) i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518. Sposób A.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min, nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Cl^- .

5.2.5. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.2.5.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04527.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczenia. 4,00 g badanego siarczanu potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 2,00 g dla odczynnika cz. umieścić w kolbie aparatu destylacyjnego, rozpuścić w 150 cm^3 wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,04 mg N,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,08 mg N,
- dla odczynnika cz. — 0,08 mg N.

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

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

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu potasowego rozpuścić w 25 cm^3 wody, dodać 1 cm^3 roztworu kwasu solnego, 5 cm^3 roztworu kwasu askorbinowego, 5 cm^3 roztworu 2,2-dwu-

pirydylu, pH roztworu doprowadzić roztworem amoniaku do 3,5 wobec papierka uniwersalnego.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 30 min czerwone zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe^{3+} .

5.2.7. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Mureksyd cz.d.a., roztwór 0,05-procentowy.
- b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10+90. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .
- d) Kwas askorbinowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.
- e) Cyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania: 1,00 g badanego siarczanu potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm^3 i dopełnić wodą do kreski (roztwór A).

Następnie pobrać pipetą 5 cm^3 roztworu A (0,1 g preparatu) dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 2,5 cm^3 roztworu A (0,05 g preparatu) dla odczynnika cz., umieścić w próbce z bezbarwnego szkła pojemności 25÷35 cm^3 , dodać 2 cm^3 roztworu kwasu askorbinowego, zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm^3 cyjanku potasowego, 1 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm^3 roztworu mureksydu, wytrząsnąć i rozcieńczyć wodą do 10 cm^3 .

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 2 min, obserwowany w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła, różowy odcień badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od różowego odcienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającym w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Ca^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Ca^{2+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,025 mg Ca^{2+}

oraz 1 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm^3 roztworu mureksydu.

Zabarwienie roztworów jest trwałe przez 8÷10 min.

5.2.8. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+})

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Żółcień tytanowa wsk., roztwór 0,05-procentowy świeżo przygotowany.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy, nie zawierający węglanów, przygotowany wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10+990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 m Mg^{2+} .

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 5,0 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 0,2 cm^3 roztworu żółcieni tytanowej i 2 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i wymieszać.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg Mg^{2+} ,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Mg^{2+} ,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Mg^{2+} .

5.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb^{2+})

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g badanego siarczanu potasowego rozpuścić w 40 cm^3 wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. — 0,06 mg Pb^{2+} .

5.2.10. Oznaczanie zawartości sodu (Na^+) wykonać wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania przygotować 1-procentowy roztwór badanego siarczanu potasowego.

5.2.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

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

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu potasowego dla odczynnika ch.cz. 2,5 g dla odczynnika cz.d.a. lub 1,25 g dla odczynnika cz. rozpuścić w kolbie przyrządu w 25 cm^3 wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511.

Badany siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg As,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg As,
dla odczynnika cz. — 0,005 mg As.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-68/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-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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

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

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

3. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 2679-70 Реактивы. Калий сернокислый

4. Niniejsza norma zastępuje ZN-55/MPCh/05-403.