

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-88
	Odczynniki	6191-30
	Dwuwodorofosforan amonowy	Zamiast BN-73/6191-30
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest dwuwodorofosforan amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fosforan amonowy ma:

- a) wzór ogólny: $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$
- b) masę molową: 115,03 g/mol
- c) inne nazwy: fosforan amonowy I-zasadowy, fosforan jednoamonowy.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki dwuwodorofosforanu amonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia dwuwodorofosforanu amonowego czystego do analizy:

DWUWODOROFOSFORAN AMONOWY cz.d.a. BN-88/6191-30

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwuwodorofosforan amonowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów lub brył barwy białej, rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Dwuwodorofosforanu amonowego ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,02
c) pH 5% roztworu wodnego w temperaturze 20°C	4,0 ÷ 4,5	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,003

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
f) Azotanów (NO_3^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,002
g) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,001	0,004
h) Metali ciężkich (jako Pb^{2+}) $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Arsenu (As), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0001	0,0001
j) Sodiu (Na^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,02
k) Potasu (K^+), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,04

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Dwuwodorofosforan amonowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowanie jednostkowe stanowią słoje szklane wg BN-84/6833-23 z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką. Masa netto: 50, 100, 250, 500, 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 i PN-76/O-79251.

Fosforan amonowy jest odczynnikiem nie zagrażającym bezpieczeństwu.

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

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 maja 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

słoiki w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbi-
ciem środkiem amortyzującym i układać w jednej war-
stwie.

Opakowanie transportowe stanowią również worki
z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, umieszczone
w bębnach tekturowych. Masa netto — 50 kg.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopusz-
cza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli prze-
prowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt
w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymia-
ry zgodne z PN-78/O-79021.

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

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

b) liczbę warstw składowania,

c) liczbę warstw ładowania.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypa-
dku stosowania paletyzacji, opakowania należy formo-
wać na paletach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216.
Ładunek na palecie powinien tworzyć zwartą i sta-
bilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy
niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Dwuwodorofosforan amonowy
należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w po-
mieszczeniach suchych o zawartości wilgoci poniżej
50%, przewiewnych, w temperaturze $15 \div 30^\circ\text{C}$, w
przechowywaniu układać w 4 warstwach. Okres gwa-
rancji 2 lata.

4.5. Transport. Dwuwodorofosforan amonowy nie
jest materiałem niebezpiecznym, nie podlega przepisom
RID/ADR, może być transportowany dowolnymi środ-
kami transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami
kolejowymi i samochodowymi¹⁾. Do środka transpor-
towego układać w 3 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości dwuwodorofosforanu amo-
nowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wo-
dzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5% roztworu wodnego (3.2c),
- oznaczanie chlorków (3.2d),
- oznaczanie siarczanów (3.2e),
- oznaczanie azotanów (3.2f),
- oznaczanie żelaza (3.2g),
- oznaczanie metali ciężkich (jako Pb) (3.2h),
- oznaczanie arsenu (3.2i),
- oznaczanie sodu (3.2j),
- oznaczanie potasu (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. na-
leży pobierać zgodnie z PN-88/C-80047. Próbki od-
czynnika 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 — równa sumie mas
wszystkich próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii, sztuk	Liczba próbek jednostkowych, sztuk
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 odczyn-
niki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równo-
ważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zew-
nętrzny sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność w wodzie
sprawdzić wg 5.3.4.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości dwuwodorofosforanu
amonowego ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)**

5.3.3.1. Zasada metody. Zasada oznaczania oparta
jest na reakcji zobojętnienia i wyznaczeniu punktu koń-
cowego przy zastosowaniu wskaźnika.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek sodowy.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) =$
 $= 1,0000$ mol/l.
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1% (m/m).

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 2 g drobno
roztartego, badanego dwuwodorofosforanu amonowe-
go odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić
w 35 ml wody przegotowanej. Do roztworu dodać 5 g
chlorku sodowego, rozpuścić zawartość kolby, roztwór
ochłodzić do 0°C , dodać 3 krople roztworu fenolo-
ftaleiny i miareczkować w tej temperaturze roztworem
wodorotlenku sodowego do słabo różowego zabarwie-
nia.

5.3.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość
dwuwodorofosforanu amonowego (X) obliczyć w
%(m/m) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,115 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego
o $c(\text{NaOH}) = 1,0000$ mol/l zużytego do
miareczkowania, ml,

m — odważka badanego dwuwodoru fosforanu
amonowego, g,

0,115 — ilość dwuwodorofosforanu amonowego od-
powiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku
sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1,0000$ mol/l, g.

5.3.3.5. Wynik końcowego oznaczania. Za wynik koń-
cowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników
co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących
się między sobą nie więcej niż 0,15%.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 25 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w zlewce w 250 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{25} \quad (2)$$

w którym m_1 — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.5. Oznaczanie pH 5% roztworu wodnego. 5 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 95 ml wody nie zawierającej CO_2 i wykonać pomiar wartości pH na pehametrze wg PN-77/C-04963 p. 2.2.6.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3. Badany dwuwodorofosforan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po 15 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie większe, niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,06 mg Cl^- .

5.3.7. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 46 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3. Badany dwuwodorofosforan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 1 h zmętnienie roztworu badanego nie będzie większe niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości azotanów (NO_3^-)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04509 p. 2.3.3.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml, zwilżyć 0,75 ml wody, dodać: 0,5 ml roztworu mocznika, 0,25 ml roztworu salicylanu sodowego i ostrożnie mieszając 3 ml kwasu siarkowego. Roztwór pozostawić na 5 min, nie ostudzając, ostrożnie dodać 20 ml wody, 30 ml roztworu wodorotlenku sodowego i ostudzić. Badany dwuwodorofosforan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygo-

towanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg NO_3^- ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg NO_3^- .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/05.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, 5 ml roztworu amoniaku i dokładnie wymieszać.

Badany dwuwodorofosforan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,04 mg Fe^{3+} .

5.3.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (jako Pb^{2+})

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Gliceryna.

b) Kwas solny, roztwór 25 $\%(m/m)$.

c) Octan amonowy.

d) Tioacetamid, roztwór 4 $\%(m/m)$, trwały w ciągu 3 dni.

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

f) Roztwór buforowy o pH 3,5 przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 200 ml przenieść 50,0 g octanu amonowego, dodać 50 ml wody, 70 ml kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać.

g) 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.

h) Odczynnikowy roztwór tioacetamidu przygotowany w następujący sposób: 2,0 ml roztworu tioacetamidu wg poz. d) i 10,0 ml roztworu mieszaniny wodorotlenku sodowego i gliceryny wg poz. g) przenieść do probówki, wymieszać, ogrzewać w łaźni wodnej w ciągu 20 s i natychmiast dodać do badanego roztworu.

i) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46 i rozcieńczony kwasem octowym o $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,001 \text{ mol/l}$ w stosunku 10 + 990.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 5,0 ml roztworu buforowego o pH 3,5, 3,0 ml ogrzanego roztworu tioacetamidu przygotowanego wg 5.3.10.1h) i wymieszać.

Badany dwuwodorofosforan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 2 min

zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Pb^{2+} .

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.11.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3.

5.3.11.3. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 30 ml wody w kolbie aparatu do oznaczania arsenu i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6. Badany dwuwodorofosforan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego uzyskane z roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabar-

wienie papierka bromortęciowego uzyskanego z roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,001 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,002 mg As.

5.3.12. Oznaczanie zawartości sodu i potasu (Na, K)

5.3.12.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04953.

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04953.

5.3.12.3. Warunki fotometrowania — wg PN-68/C-04953.

5.3.12.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-68/C-04953.

5.3.12.5. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego dwuwodorofosforanu amonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. W przygotowanym roztworze wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

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-73/6191-30

a) zmieniono metody oznaczania zawartości żelaza, metali ciężkich i azotanów,

b) zaostorzono wymagania na zawartość sodu i potasu dla gatunku cz.d.a. i cz.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów

PN-54/C-04517 Analiza chemiczna. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-81/C-04521/05 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem kwasu sulfosalicylowego

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i netelometrii

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalne czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-88/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200 EUR

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiary

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-84/6414-06 Worki polietylenowe, otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

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 zabezpieczeniu przesyłek towarowych. (Dz.T. i Z.K. nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

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. nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV). (Dz.T. i Z.K. nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

4. Symbol wg SWW dla gatunku

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Autor projektu normy — inż. Jadwiga Mateusiak — PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.