

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Odczynniki Fosforan amonowo-sodowy	6191-72
		Zamiast RN-61/MPCh-1994
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fosforan amonowo-sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fosforan amonowo-sodowy ma:

- a) wzór chemiczny — $\text{NH}_4\text{NaHPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
- b) ciężar cząsteczkowy — 209,09 (1961r.).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki fosforanu amonowo-sodowego oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia fosforanu amonowo-sodowego gatunku cz.d.a.:

FOSFORAN AMONOWO-SODOWY cz.d.a. BN-66/6191-72

1.4. Normy związane

PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczenie małych zawartości arsenu

PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczenie małych zawartości metali ciężkich strą-

canych siarkowodorem w produktach chemicznych

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczenie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczenie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną

PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

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

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 21 października 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 lipca 1967 r. (Mon. Pcl. nr 72/1966 poz. 336)

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Fosforan amonowo-sodowy ma postać bezbarwnych kryształów lub krystalicznego białego proszku, dobrze rozpuszczalnego w wodzie, nierozpuszczalnego w alkoholu.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg. 4.2.1	
b) Fosforanu amonowo-sodowego ($\text{NH}_4\text{NaHPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), %, co najmniej	99,5	99,0
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
d) Chlorków (Cl^-), %, najwyżej	0,001	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,01	0,04
f) Azotanów (NO_3^-), %, najwyżej	0,001	0,002
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,0005	0,002
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,00025	0,003
i) Arsenu (As^{3+}), %, najwyżej	0,0001	0,002
j) Odczyn roztworu wodnego	wg. 4.2.10	

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Fosforan amonowo-sodowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego. Masa netto:

dla gatunku cz.d.a. 100, 250 i 500 g,

dla gatunku cz. 250, 500 g, 1 i 2 kg.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 250 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzenie tożsamości. 0,5 g badanego fosforanu amonowo-sodowego rozpuścić w 10 ml wody. Do 5 ml roztworu dodać roztworu wodorotlenku sodowego cz.d.a. i ogrzać. Wydziela się zapach amoniaku.

Do pozostałych 5 ml roztworu dodać 1 ml kwasu azotowego (1,4), 2 ml 10-procentowego roztworu molibdenianu amonowego i lekko ogrzać. Wydziela się żółty osad.

Odrobinę fosforanu amonowo-sodowego wprowadzić na druciku platynowym do płomienia palnika gazowego. Płomień zabarwia się na żółto.

4.2.2. Oznaczanie zawartości fosforanu amonowo-sodowego ($\text{NH}_4\text{NaHPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. roztwór 1n.
- Oranż metylowy — wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml wody, dodać 3 lub 4 krople oranżu metylowego i miareczkować roztworem kwasu solnego do pierwszej zmiany zabarwienia roztworu.

Zawartość fosforanu amonowo-sodowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,20909 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 20,909}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 1n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego fosforanu amonowo-sodowego, g,

0,20909 — ilość fosforanu amonowo-sodowego odpowiadająca 1 ml ściśle 1n roztworu kwasu solnego, g.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 600 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany fosforan amonowo-sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,

dla odczynnika cz. — 6 mg.

4.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-). 2 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/

C-04518. Do roztworu porównawczego dodać:

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

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- .

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

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody, dodać 10 ml kwasu solnego, przesączyć w razie potrzeby, ogrzać do wrzenia, dodać 5 ml roztworu chlorku barowego i pozostawić na 20 ÷ 24 godz. Wydzielony osad odsączyć przez porcelanowy tygiel do sączenia G4. Przemyć wodą do zaniku reakcji na jon Cl^- i wyprażyć do stałej masy.

Badany fosforan amonowo-sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,4 mg,

dla odczynnika cz. — 9,6 mg.

4.2.6. Oznaczanie zawartości azotanów (NO_3^-)

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

b) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

c) Indygo, roztwór B, przygotowany wg PN/C-06501.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony NO_3^- przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NO_3^- .

4.2.6.3. Wykonanie oznaczania. Do 2 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, dodać 1 ml roztworu chlorku sodowego, 0,3 ml roztworu indyga, 10 ml kwasu siarkowego, a po upływie 10 min — 25 ml wody.

Badany fosforan amonowo-sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli niebieskie zabarwienie roztworu badanego jest silniejsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego 1 ml roztworu chlorku sodowego, 0,3 ml roztworu indyga, 10 ml kwasu siarkowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg NO_3^- ,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg NO_3^- ,

i dodać po upływie 10 min 25 ml wody.

4.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}). 5 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 35 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN/C-04515. Do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb^{2+} .

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

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 4 g badanego fosforanu amonowo-sodowego dla odczynnika cz.d.a. i 1 g dla odczynnika cz., odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 40 ml wody, dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 ml roztworu amoniaku i ponownie wymieszać.

Badany fosforan amonowo-sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, 5 ml roztworu amoniaku oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,03 mg Fe^{3+} .

4.2.9. Oznaczanie zawartości arsenu (As^{3+}). 10 g badanego fosforanu amonowo-sodowego dla odczynnika cz.d.a. a 0,5 g dla odczynnika cz., odważonego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 50 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN/C-04511. Do roztworów porównawczych dodać:

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

dla odczynnika cz. — 0,01 mg As^{3+} .

4.2.10. Oznaczanie odczynu roztworu wodnego

4.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.

c) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 9 g badanego fosforanu amonowo-sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 30 ml wody i dodać 3 krople fenoloftaleiny. Jeżeli roztwór zabarwi się na kolor różowy, należy miareczkować go roztworem kwasu solnego do odbarwienia; w przeciwnym przypadku, gdy roztwór jest bezbarwny, należy miareczkować go roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia różowego zabarwienia.

Badany fosforan amonowo-sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się najwyżej:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,5 ml,

dla odczynnika cz. — 1,0 ml

roztworu kwasu solnego lub wodorotlenku sodowego.