

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki	6191-126
	Kwaśny siarczan potasowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwaśny siarczan potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwaśny siarczan potasowy ma:

- wzór chemiczny — KHSO_4 ,
- masę cząsteczkową — 136,17.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia kwaśnego siarczanu potasowego chemicznie czystego:

KWAŚNY SIARCZAN POTASOWY ch.cz. BN-74/6191-126

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwaśny siarczan potasowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów (w większej masie koloru białego), łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość kwaśnego siarczanu potasowego KHSO_4 , %	98,0 ÷ 102,0	97 ÷ 103	96 ÷ 103

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie amoniakalnej, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
d) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
e) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,001	0,0025	nie normalizuje się
f) Soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,001	0,002	nie normalizuje się
g) Glinu (Al^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	nie normalizuje się
i) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,0025	0,0025	0,005
j) Magnez (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
k) Metali ciężkich strąconych siarkowodorem (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,002
l) Sodu (Na^+), %, nie więcej niż	0,05	0,1	nie normalizuje się
m) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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)

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

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

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

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 kwaśnego siarczanu potasowego (KHSO₄)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 1n roztwór.
- Oranż metylowy wsk., 0,04-procentowy wodny roztwór.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 3,0000 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w kolbie stożkowej w 50 cm³ wody. Roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec oranżu metylowego jako wskaźnika.

Zawartość kwaśnego siarczanu potasowego w procentach (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,13617 \cdot V \cdot 100}{m} = \frac{13,617 \cdot V}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 1n roztworu zużyta do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego kwaśnego siarczanu potasowego, g,

0,13617 — ilość kwaśnego siarczanu potasowego odpowiadającego 1 cm³ ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie amoniakalnej. 50,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 400 cm³ wody. Do roztworu dodać 50 cm³ 25-procentowego roztworu amoniaku i utrzymywać w ciągu 30 min na łaźni wodnej w temperaturze 60°C.

Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty i wysuszony do stałej masy szklanej tygiel do sączenia G_4 .

Pozostałość na tyglu przemyć 3-procentowym roztworem amoniaku i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Badany kwaśny 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.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

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

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a., lub 1,00 g dla odczynnika cz., rozpuścić w 10 cm³ wody. Roztwór zobojętnić roztworem amoniaku i następnie dodać 4 cm³ roztworu kwasu azotowego i 1 cm³ roztworu azotanu srebra.

Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany kwaśny siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a 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. — 0,02 mg Cl⁻.

5.2.4. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2 oraz wodorotlenek sodowy cz.d.a., 33-procentowy roztwór.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 10 cm³ wody. Roztwór zobojętnić 1,6 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, dopełnić objętość wodą do 15 cm³. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badany kwaśny siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg PO₄³⁻,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg PO₄³⁻,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg PO₄³⁻.

5.2.5. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04509.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego dla odczynnika

ch.cz. lub 1,00 g dla odczynnika cz.d.a. rozpuścić w wodzie i dopełnić objętość wodą do 10 cm³.

Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04509.

Badany kwaśny siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe niebieskie zabarwienie badanego roztworu po upływie 5 min nie będzie słabsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,025 mg NO₃⁻,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg NO₃⁻.

5.2.6. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH₄⁺)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04525.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 45 cm³ wody. Roztwór zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego i dopełnić wodą do objętości 48 cm³.

Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04525.

Badany kwaśny siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg NH₄⁺,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg NH₄⁺.

5.2.7. Oznaczanie zawartości glinu (Al³⁺)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Aluminon cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.
- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Tioglikolan amonowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- Octan sodowy cz.d.a.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Al³⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10:1000. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Al³⁺.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 10 cm³ wody, dodać 3 cm³ roztworu amoniaku i 2,5 cm³ roztworu kwasu octowego.

Następnie do roztworu dodać 0,5 cm³ roztworu tioglikolanu amonowego, 1 g octanu sodowego i wymieszać, a następnie do roztworu dodać 0,5 cm³ roztworu aluminonu.

Badany kwaśny siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w ciągu 5 min czerwone zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu

porównawczego, przygotowanego w następujący sposób: 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody. Następnie dodać 6 cm³ roztworu amoniaku i pozostawić w spokoju w temperaturze 40°C na 10 min, po czym roztwór przesączyć przez twardy sączek.

Do 13 cm³ (1,00 g odczynnika) przesączu nie zawierającego glinu dodać:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Al³⁺,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Al³⁺

oraz 2,5 cm³ roztworu kwasu octowego, 1 g octanu sodowego, 0,5 cm³ roztworu tioglikolanu amonowego i 0,5 cm³ roztworu aluminonu.

5.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 oraz amoniak cz.d.a., 25-procentowy roztwór.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i zobojętnić roztworem amoniaku. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

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

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg Fe³⁺.

5.2.9. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca²⁺)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

- Mureksyd cz.d.a., roztwór 0,05-procentowy trwały w ciągu 2 dni.
- p-Nitrofenol cz.d.a., roztwór 0,02-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca²⁺.
- Kwas askorbinowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.
- Cyjanek potasowy cz.d.a. 10-procentowy.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 25÷30 cm³ wody, zobojętnić roztworem amoniaku wobec p-nitrofenolu, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać (roztwór A).

Następnie pobrać pipetą 1 cm³ roztworu A (0,1 g) umieścić w próbce pojemności 25 cm³, rozcieńczyć wodą do 8 cm³, dodać 2 cm³ roztworu kwasu askor-

binowego, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm³ cyjanku potasowego, dodać 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, wymieszać, dodać 1 cm³ roztworu mureksydu i powtórnie wymieszać.

Badany kwaśny 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. — 0,0025 mg Ca²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg Ca²⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,005 mg Ca²⁺

oraz 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm³ roztworu mureksydu.

Zabarwienie roztworów jest trwałe w ciągu 8÷10 min.

5.2.10. Oznaczenie zawartości magnezu (Mg²⁺)

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy nie zawierający węglanów, przygotowany przez rozcieńczenie 50-procentowego roztworu, przygotowanego wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 1000. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg²⁺.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 0,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 18 cm³ wody, dodać 0,2 cm³ roztworu żółcieni tytanowej, 2,8 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i wymieszać.

Badany kwaśny siarczan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego w następujący sposób: do 8 cm³ wody zawierającej

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Mg²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Mg²⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,025 mg Mg²⁺

dodać 0,2 cm³ roztworu żółcieni tytanowej, wymieszać, dodać 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i powtórnie wymieszać.

W razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę na zawartość magnezu w stosowanych do oznaczenia ilościach roztworu wodorotlenku sodowego.

5.2.11. Oznaczenie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.3.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i zobojętnić roztworem amoniaku. Dalej oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwaśny 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. — 0,01 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Pb²⁺.

5.2.12. Oznaczenie zawartości sodu (Na⁻)

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

5.2.12.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu pomiarowych kolb pojemności 100 cm³ wprowadzić następujące ilości sodu (roztworu chlorku sodowego zawierającego 0,1 mg Na/1 cm³), rozcieńczyć wodą do kreski i dokładnie wymieszać:

- porównawczy roztwór wzorcowy I (bez wprowadzenia potasu),
- roztwór wzorcowy II zawierający 0,25 mg Na, co odpowiada 0,025% Na w preparacie,
- roztwór wzorcowy III zawierający 0,5 mg Na, co odpowiada 0,05% Na w preparacie,
- roztwór wzorcowy IV zawierający 0,75 mg Na, co odpowiada 0,075% Na w preparacie,
- roztwór wzorcowy V zawierający 1,0 mg Na, co odpowiada 0,10% Na w preparacie,
- roztwór wzorcowy VI zawierający 1,5 mg Na, co odpowiada 0,15 mg Na w preparacie.

Krzywą wzorcową wykonać zgodnie z PN-68/C-04953.

5.2.12.3. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 p. 2.6, posługując się krzywą wzorcową przygotowaną wg 5.2.12.2.

5.2.13. Oznaczenie zawartości arsenu (As)

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

5.2.13.2. Wykonanie oznaczenia. 4,00 g badanego kwaśnego siarczanu potasowego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511.

Badany kwaśny 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. — 0,002 mg As,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,004 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-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem

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-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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 kolorimetrii 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. Niniejsza norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 2678-70 Реактивы. Калий серноокислый кислый

4. Niniejsza norma zastępuje ZN-55/MPCh/05-324.