

| | | |
|------------------------------------|--------------------------------|-----------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA | BN-74 6191-128 |
| | Odczynniki Bromian potasowy | |
| | | Grupa katalogowa X 51 |

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest bromian potasowy stosowany jako odczynnik.

Bromian potasowy ma:

- wzór ogólny KBrO_3 ,
- masę cząsteczkową: 167,01.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki potasowego bromianu oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia bromianu potasowego ch.cz.:

BROMIAN POTASOWY ch.cz. BN-74/6191-128

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Bromian potasowy powinien mieć postać białego krystalicznego proszku lub białych kryształów łatwo rozpuszczalnych w wodzie, trudno rozpuszczalnych w alkoholu i prawie nierozpuszczalnych w acetonie.

3.2. Wymagania chemiczne

| Wymagania | Gatunki | | |
|--|---------|---------|---------|
| | ch.cz. | cz.d.a. | cz. |
| a) Zawartość bromianu potasowego (KBrO_3), %, nie mniej niż | 99,8 | 99,8 | 99,5 |
| b) Odczyn roztworu wodnego pH 5-procentowego roztworu | 5,0÷9,0 | 5,0÷9,0 | 5,0÷9,0 |

cd. tablicy

| Wymagania | Gatunki | | |
|--|---------|---------|---------------------|
| | ch.cz. | cz.d.a. | cz. |
| c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż | 0,003 | 0,005 | 0,01 |
| d) Bromków (Br^-), %, nie więcej niż | 0,005 | 0,02 | 0,04 |
| e) Chlorków i chloranów (Cl^-), %, nie więcej niż | 0,03 | 0,05 | 0,1 |
| f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż | 0,003 | 0,005 | 0,01 |
| g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż | 0,0005 | 0,0005 | 0,001 |
| h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż | 0,0005 | 0,0005 | 0,001 |
| i) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż | 0,001 | 0,002 | nie normalizuje się |
| j) Sodiu (Na^+), %, nie więcej niż | 0,01 | 0,01 | nie normalizuje się |

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

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

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

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 10 października 1974 r. jako norma obowiązująca
w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości bromianu potasowego (3.2a),
- b) oznaczanie odczynu roztworu wodnego pH 5-procentowego (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości bromków (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości chlorków i chloranów (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości sodu (3.2j).

5.2. Pobieranie próbek. Średnią próbkę laboratoryjną należy pobierać i przygotować zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 400 g.

5.3. Opis i wykonanie badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości bromianu potasowego KBrO_3

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jodek potasowy cz.d.a.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- d) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., 0,5-procentowy roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,1000 g badanego bromianu potasowego wysuszonego w ciągu 2 godz w temperaturze 105°C rozpuścić w 25 cm^3 wody w kolbie stożkowej pojemności 200 cm^3 z doszlifowanym korkiem. Do roztworu dodać 3 g jodku potasowego, 10 cm^3 kwasu siarkowego wymieszać, dodać 50 cm^3 wody i po 5 min odmiareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 3 cm^3 roztworu skrobi.

Zawartość bromianu potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0027836 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,27836}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m — odważka badanego bromianu potasowego, g,

0,0027836 — ilość bromianu potasowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego.

Oznaczanie wykonać co najmniej dwukrotnie; dopuszcza się różnicę w oznaczeniach najwyższej $0,2\%$.

5.3.2. Oznaczanie odczynu roztworu wodnego pH. 5,00 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w 95 cm^3 wody (nie zawierającej węglanów) i wykonać oznaczenie elektrometryczne.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 40,00 g badanego bromianu potasowego rozpuścić na gorąco w 400 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517. Badany bromian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.cz. — 1,2 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,
- dla odczynnika cz. — 4 mg.

5.3.4. Oznaczanie bromków (Br^-)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Br^- przygotowany wg PN-68/C-06500.
1 cm^3 wzorcowego roztworu zawiera 1 mg Br.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 6,00 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w 100 cm^3 wody. Roztwór przenieść do cylindra pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem, dodać $0,5\text{ cm}^3$ kwasu siarkowego i zakryć korkiem.

Badany bromian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu po upływie 20 min nie będzie intensywniejsze od roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości 1,00 g badanego bromianu potasowego i $0,5\text{ cm}^3$ kwasu siarkowego oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,25 mg Br^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg Br^- ,
- dla odczynnika cz. — 2 mg Br^- .

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków i chloranów (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- b) Siarczan hydrazyny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy (1,15).
- d) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 65-procentowy (1,4).
- e) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 16-procentowy (1,11).
- f) Papierek jodoskrobiowy.

g) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10÷990. 1 cm^3 rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,25 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w 15 cm^3 wody dodać 5 cm^3 kwasu siarkowego i 6 cm^3 siarczanu hydrazyny, 6 cm^3 65-procentowego kwasu azotowego i wymieszać. Następnie roztwór ogrzać na łaźni piaskowej w temperaturze 200°C do całkowitego wydzielenia bromu (sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym. Dodać wody do pierwotnej objętości i ochłodzić. Po ochłodzeniu rozcieńczyć do objętości 100 cm^3 i wymieszać.

Pobrać 20 cm^3 otrzymanego roztworu i dodać 20 cm^3 wody, 2 cm^3 25-procentowego kwasu azotowego i 1 cm^3 azotanu srebra. Po 20 min zmętnienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze od roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^-

oraz 5 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, 6 cm^3 roztworu siarczanu hydrazyny i 6 cm^3 kwasu azotowego 65-procentowego.

Po dokładnym wymieszaniu dopełnić objętość roztworu wodą do 100 cm^3 . Pobrać 20 cm^3 otrzymanego roztworu, dodać 20 cm^3 wody, 2 cm^3 25-procentowego roztworu kwasu azotowego, 1 cm^3 roztworu azotanu srebra i wymieszać.

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy (1,12).
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 37-procentowy (1,18).
- c) Węglan sodowy cz.d.a., bezwodny.
- d) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- e) Alkohol etylowy rektyfikowany, 96-procentowy.
- f) Baru chlorek cz.d.a, roztwór 5-procentowy.
- g) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90.

1 cm^3 rozcieńzonego wzorca zawiera 0,1 mg SO_4^{2-}).

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Do 2,00 g badanego potasowego ch.cz. i cz.d.a. lub 1,00 g odczynnika cz. dodać 0,05 g bezwodnego węglanu sodowego i 10 cm^3 37-procentowego roztworu kwasu solnego, odparować do odpędzenia dymów kwasu solnego. Pozostałość rozpuścić w 15 cm^3

wody i w razie potrzeby zubożyć amoniakiem, objętość roztworu dopełnić do 20 cm^3 . Następnie dodać 0,1 cm^3 25-procentowego kwasu solnego, 10 cm^3 alkoholu etylowego i 2 cm^3 roztworu chlorku barowego. Badany bromian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 1 godz opalescencja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza niż opalescencja roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w sposób analogiczny do roztworu badanego i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,06 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} .

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy świeżo przygotowany.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1 cm^3 rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w 30 cm^3 wody, dodać 0,5 cm^3 roztworu winianu sodowo-potasowego. 1 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, 1,5 cm^3 roztworu tioacetamidu wymieszać i postawić na 10 min.

Badany bromian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe ciemne 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 Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Pb^{2+} .

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

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

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 5 cm^3 roztworu kwasu askorbinowego, 5 cm^3 roztworu 2,2 — dwupirydyli i wymieszać.

Badany bromian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała 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+} .

5.3.9. Oznaczenie całkowitej zawartości azotu (N)

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w 150 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04527 p. 2.4. Zabarwienie roztworu oglądane po 5 min nie może być intensywniejsze od roztworu porównawczego, zawierającego dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg N dla odczynnika cz.d.a. 0,04 mg.

5.3.10. Oznaczenie zawartości sodu (Na^+). 2,500 g badanego bromianu potasowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ objętość kolby dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

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.

2. Dotychczas obowiązująca ZN-70/MPCH/F-2032 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1975 r.

3. Normy związane

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

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

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczenie 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 i mieszanin oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 2681-70 Реактивы. Калий бромноватокислый