

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-79
	Odczynniki	6191-163
	Wodorowinian potasowy	Grupa katalogowa X 51

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest wodorowinian potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Wodorowinian potasowy ma:

- wzór ogólny —  $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ,
- masę cząsteczkową 188,18.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki wodorowinianu potasowego, oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia wodorowinianu potasowego czystego do analizy:**

WODOROWINIAN POTASOWY cz.d.a. BN-79/6191-163

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Wodorowinian potasowy powinien mieć postać białego krystalicznego proszku trudno rozpuszczalnego w zimnej wodzie, łatwiej — w wodzie gorącej, nierozpuszczalnego w alkoholu etylowym.

**3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wodorowinianu potasowego $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_6\text{K}$ , %, nie mniej niż	99,5	98
b) Substancji nierozpuszczalnych w roztworze amoniaku, %, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,005
d) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,05
e) Soli amonowych ( $\text{NH}_4^+$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,02
f) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,002
g) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
h) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką, torby z folii polietylenowej lub folii z innego tworzywa sztucznego albo worki z polietylenu umieszczone w bębnach ze sklejki.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 i 2500 g oraz 5 i 50 kg.

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

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości wodorowinianu potasowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w roztworze amoniaku (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2e),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2h).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg;
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g;
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2;

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 30 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 26/1979 poz.119)

d) wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych;

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości wodorowinianu potasowego $C_4H_5O_6K$

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 1N roztwór.

b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** 5,0000 g badanego wodorowinianu potasowego rozpuścić w 250 cm<sup>3</sup> gorącej wody.

Otrzymany roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny.

Zawartość wodorowinianu potasowego ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,18818 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — ilość ściśle 1N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,18818 — ilość wodorowinianu potasowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 1N roztworu wodorotlenku potasowego, g,

$m$  — odważka badanego wodorowinianu potasowego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w roztworze amoniaku.** 20,00 g badanego wodorowinianu potasowego rozpuścić w mieszaninie zawierającej 200 cm<sup>3</sup> wody i 60 cm<sup>3</sup> amoniaku cz.d.a. (0,96).

Otrzymany roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4, wysuszyć do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość w tyglu przemyć kilkakrotnie gorącą wodą, wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze amoniaku ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

$a_1$  — masa wysuszonej pozostałości, g,

$m_1$  — odważka badanego wodorowinianu potasowego, g.

#### 5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków ( $Cl^-$ )

**5.3.3.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego wodorowinianu potasowego rozpuścić, ogrzewając na łaźni wodnej w 15 cm<sup>3</sup> wody, dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,15) i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 — sposób A.

Badany wodorowinian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opa-

lizacja nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

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

dla odczynnika cz. — 0,05 mg  $Cl^-$

oraz te same ilości odczynników.

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $SO_4^{2-}$ )

**5.3.4.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519 p. 2.3 oraz

a) Metawanadan amonowy cz.d.a., 1-procentowy roztwór.

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

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

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego wodorowinianu potasowego dla odczynnika cz.d.a. lub 0,50 g dla odczynnika cz. przenieść do parowniczkowej szklanej, dodać 1 kroplę roztworu metawanadanu amonowego i 15 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, następnie bardzo ostrożnie odparować do sucha na łaźni wodnej do całkowitego rozkładu. Odparowanie z kwasem azotowym powtórzyć cztery razy. Pozostałość rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody z dodatkiem 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Odparowanie powtórzyć trzykrotnie. Pozostałość po oziębieniu rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, przesączyć, przemyć wodą destylowaną, zubożyć i uzupełnić objętość przesącza do 50 cm<sup>3</sup>. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 — sposób A.

Badany wodorowinian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości rozpuszczoną pozostałość z odparowania tych samych ilości metawanadanu amonowego i kwasu azotowego oraz:

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

dla odczynnika cz. — 0,25 mg  $SO_4^{2-}$

i te same ilości odczynników.

#### 5.3.5. Oznaczanie zawartości soli amonowych ( $NH_4^+$ )

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04525 p. 2.3.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego wodorowinianu potasowego rozpuścić w 48 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04525 p. 2.4.

Badany wodorowinian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min żółto-brązowe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $NH_4^+$ ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $NH_4^+$

oraz te same ilości odczynników.

#### 5.3.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ )

##### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

b) Tioacetamid cz.d.a., 2-procentowy roztwór, świeżo przygotowany.

c) Nadtlenek wodoru cz.d.a., 30 procentowy roztwór.

d) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

e) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

f) Roztwór wzorcowy przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.36 i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb<sup>2+</sup>.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego wodorowinianu potasowego umieścić w tyglu platynowym i wyprażyć w piecu elektrycznym do całkowitego spalenia w temperaturze około 700°C.

Pozostałość w tyglu rozdrobnić, dodać 2 cm<sup>3</sup> wody, 1 kroplę nadtlenu wodoru, odparować do sucha i przepażyć.

Pozostałość rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, zobojętnić kwasem solnym w razie potrzeby przesączyć, dodać 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu winianu sodowo-potasowego, 1 cm<sup>3</sup> wodorotlenku sodowego oraz 1 cm<sup>3</sup> roztworu tioacetamidu i wymieszać.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb<sup>2+</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg Pb<sup>2+</sup>.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>3+</sup>)

**5.3.7.1. Aparatura, przyrządów i materiały** — wg PN-75/C-04521.02 p. 3.

**5.3.7.2. Odczynniki i roztwory** — PN-75/C-04521.02 p. 4.

**5.3.7.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50 cm<sup>3</sup>: 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg Fe.

Każdy z tych roztworów umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>.

Do roztworów dodać 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i 5 cm<sup>3</sup> chlorowodoru hydroksyloaminy.

Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu cytrynowego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu 2,2'-dwupirydyli.

Następnie przenieść ilościowo roztwory do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Po 30 min przelać roztwór do kuwety i zmierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm.

Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych — zawartości żelaza w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór kontrolny zawierający wszystkie odczynniki, a niezawierający jonów żelaza.

**5.3.7.4. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego wodorowinianu potasowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza (X<sub>2</sub>) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \quad (3)$$

w którym:

*m* — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

*m*<sub>1</sub> — odważka badanego wodorowinianu potasowego, g.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości żelaza przez porównanie absorbancji próbki badanej z absorbancją roztworów porównawczych, zawierających:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe<sup>3+</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe<sup>3+</sup>

postępując zgodnie z PN-75/C-04521.02 p. 8.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>)

**5.3.8.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego wodorowinianu potasowego umieścić w tyglu platynowym i wyprażyć w piecu elektrycznym do całkowitego spalenia w temperaturze 700°C.

Pozostałość po spalaniu rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość po odparowaniu rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.

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 PN-54/C-80001**

a) zmieniono nazwę odczynnika zgodnie z obowiązującą nomenklaturą,

b) zaostorzono wymagania w gatunku cz.d.a. dla zawartości siarczanów i metali ciężkich,

c) zmieniono metody oznaczania zawartości siarczanów, fosforanów metali ciężkich i żelaza.

Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80001 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1980 r.

**3. Normy związane**

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

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu

PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

**4. Symbol wg SWW**

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.