

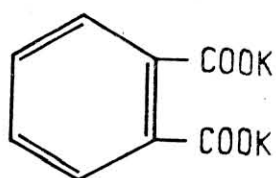
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki	6193-54
	Kwaśny ftalan potasowy	51 Grupa katalogowa X ⁵²

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwaśny ftalan potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwaśny ftalan potasowy ma:

- wzór chemiczny $KC_8H_5O_4$
- wzór strukturalny



- masę cząsteczkową 204,23 (1961 r.)

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia kwaśnego ftalanu potasowego chemicznie czystego:

KWAŚNY FTALAN POTASOWY ch.cz. BN-74/6193-54

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwaśny ftalan potasowy powinien mieć postać białego, krystalicznego proszku rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabelicy.

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Straty przy suszeniu, %, nie więcej niż	0,1	0,5	0,5
b) Kwaśnego ftalanu potasowego, w wysuszonym preparacie, %, nie mniej niż	99,9	99,9	99,5
c) pH 5-procentowego roztworu	$4 \pm 0,2$	$4 \pm 0,2$	nie normalizuje się
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,003	0,01
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,0025
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,0025

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego, słoiki szklane z korkiem zwykłym chronionym folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

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)

Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500, 1000 g.

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

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić co najmniej 200 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości strat przy suszeniu. 5,0000 g badanego kwaśnego ftalanu potasowego szybko rozetrzeć i wysuszyć w uprzednio zważonym z dokładnością do 0,0002 g naczynku wagowym w temperaturze $110 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość strat przy suszeniu w procentach (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(a - a_1) 100}{m}$$

w którym:

- a — masa naczynka z badanym kwaśnym ftalanem potasowym przed suszeniem, g,
- a_1 — masa naczynka z badanym kwaśnym ftalanem potasowym po wysuszeniu, g,
- m — odważka badanego kwaśnego ftalanu potasowego, g.

Wysuszoną pozostałość zachować do oznaczania zawartości kwaśnego ftalanu potasowego wg 5.2.2.

5.2.2. Oznaczanie zawartości kwaśnego ftalanu potasowego ($\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4$)

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- b) Fenoloftaleina wsk., roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,4000 g kwaśnego ftalanu potasowego wysuszonego uprzednio do stałej masy wg 5.2.1 rozpuścić w 30 cm³ uprzednio wygotowanej i oziębionej wody, dodać kilka kropel roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia różowego zabarwienia trwałego w ciągu 30 s.

Zawartość kwaśnego ftalanu potasowego obliczyć w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,02042 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania, cm³,
- m — odważka badanego kwaśnego ftalanu potasowego, g,

0,02042 — ilość kwaśnego ftalanu potasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu kwaśnego ftalanu potasowego, g.

5.2.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego kwaśnego ftalanu potasowego rozpuścić w 100 cm³ wody w temperaturze $80 \div 90^\circ\text{C}$, oziębic i oznaczyć pH na pehametrze.

5.2.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 35,00 badanego kwaśnego ftalanu potasowego dla odczynnika ch.cz. lub 20,00 g dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozpuścić w 400 cm³ wody ogrzewając w ciągu 30 min na wrzącej łaźni wodnej.

Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G_4 . Pozostałość na tyglu przemyć 200 cm³ gorącej wody i wysuszyć od stałej masy w temperaturze $105 \div 120^\circ\text{C}$.

Badany kwaśny ftalan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

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

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego ftalanu potasowego rozpuścić w 10 cm³ gorącej wody i dodać 2 cm³ roztworu kwasu azotowego. Roztwór oziębic i pozostawić na 20 min w temperaturze $10 \div 15^\circ\text{C}$.

Wydzielony osad kwasu ftalowego odsączyć przez sącdek dokładnie przemyty 1-procentowym roztworem kwasu azotowego (do ujemnej reakcji na jon Cl^-). Przesącz zebrać do kolorymetrycznego cylindra pojemności 50 cm³. Osad na sączku przemyć małą ilością wody, wodę z przemycia dołączyć do przesącza.

Następnie do roztworu dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra i dopełnić objętość wodą do 40 cm³.

Badany kwaśny ftalan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 15 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego ftalanu potasowego rozpuścić w 10 cm^3 gorącej wody i dodać 2 cm^3 roztworu kwasu solnego. Roztwór oziębic i pozostawić na 20 min w temperaturze $10 \div 15^\circ\text{C}$. Wydzielony osad kwasu ftalowego odsączyć przez sączek dokładnie przemyty gorącą wodą. Przesącz zebrać do kolorymetrycznego cylindra pojemności 50 cm^3 . Osad na sączku przemyć małą ilością wody, wodę z przemycia dołączyć do przesączu.

Następnie uzupełnić objętość roztworu wodą do 46 cm^3 i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.1.

Badany kwaśny ftalan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 15 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch. cz.	— 0,02 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz.d.a.	— 0,05 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz.	— 0,1 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

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

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego kwaśnego ftalanu potasowego rozpuścić w 30 cm^3

wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany kwaśny ftalan potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz.	— 0,01 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz.d.a.	— 0,02 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz.	— 0,05 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

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

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego kwaśnego ftalanu potasowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 3 cm^3 roztworu kwasu solnego.

Roztwór przesączyć, osad na sączku przemyć niewielką ilością wody, wodę z przemycia dołączyć do przesączu, następnie do roztworu dodać 1 cm^3 roztworu nadsiarczanu amonowego, 4 cm^3 roztworu rodanku amonowego, uzupełnić objętość roztworu wodą do 40 cm^3 i wymieszać.

Badany kwaśny ftalan 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:

dla odczynnika ch.cz.	— 0,005 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz.d.a.	— 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz.	— 0,025 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

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-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

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-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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 3254-71 Реактивы. Калий фталевокислый кислый

4. Niniejsza norma zastępuje ZN-63/MPCh/N-992.