

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Odczynniki	6191-62
	Fosforan dwuamonowy	Zamiast RN-59/MPCh-1441
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fosforan dwuamonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fosforan dwuamonowy ma:

- a) wzór chemiczny - $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$,
- b) ciężar cząsteczkowy - 132,07 (1961 r.).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki fosforanu dwuamonowego, oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia fosforanu dwuamonowego czystego do analizy:

FOSFORAN DWUAMONOWY cz.d.a. BN-66/6191-62

1.4. Normy związane

- PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem w produktach chemicznych
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów 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

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Fosforan dwuamonowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształków lub białego krystalicznego proszku, rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu.

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 3 września 1966 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1967 r.

(Mon. Pol. nr poz.)

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 4.2.1	
b) Fosforanu dwuamonowego $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, %, co najmniej	99	98
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01
d) pH 5-procentowego roztworu, w granicach	7,5÷8,1	7,5÷8,2
e) Chlorków (Cl^-) , %, najwyżej	0,001	0,003
f) Azotanów (NO_3^-) , %, najwyżej	0,001	0,002
g) Siarki ogólnej (jako SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,005	0,01
h) Żelaza (Fe^{3+}) , %, najwyżej	0,001	0,002
i) Metali ciężkich grupy siarkowodorowej (Pb^{2+}) , %, najwyżej	0,001	0,002
j) Sodiu (Na), %, najwyżej	0,01	0,03
k) Potasu (K), %, najwyżej	0,01	0,03
l) Arsenu (As), %, najwyżej	0,0002	0,0005

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Fosforan dwuamonowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania wg p. 2.2 b) typ laboratoryjny. Masa netto: 250, 500 i 1000 g. 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 badań4.2.1. Sprawdzanie tożsamości4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Molibdian amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Papierki lakmusowe.

4.2.1.2. Wykonanie badania. 1 g badanego fosforanu dwuamonowego rozpuścić w 20 ml wody. Otrzymany roztwór, badany w oddzielnych próbkach, daje następujące reakcje:

- do 5 ml roztworu dodać 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego i ogrzewać; wydzieła się amoniak, który wywołuje zniebieszczenie czerwonego papierka lakmusowego;
- do 5 ml roztworu dodać 0,5 ml kwasu azotowego, 2 ml roztworu molibdenianu amonowego i ogrzać do temperatury $45 \pm 50^\circ\text{C}$; wydzieła się drobnokrystaliczny żółty osad;
- badany roztwór powinien wykazywać reakcję lekko zasadową wobec papierka lakmusowego.

4.2.2. Oznaczanie zawartości fosforanu dwuamonowego $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

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

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 3 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 50 ml wody i zmiareczkować wobec oranżu metylowego roztworem kwasu solnego.

Zawartość fosforanu dwuamonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,13206 \cdot 100}{m} = \frac{13,206 \cdot V}{m}$$

w którym:

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

m - odważka badanego fosforanu dwuamonowego, g,

0,13206 - ilość $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ odpowiadająca 1 ml ściśle 1n roztworu kwasu solnego, g.

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

Badany fosforan dwuamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,

dla odczynnika cz. - 6 mg.

4.2.4. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu fosforanu dwuamonowego należy wykonać w temperaturze 20°C na pehametrze.

4.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-). 5 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 30 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04518 sposobem A.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,15 mg Cl^- .

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 przygotowany wg PN/C-06501.

c) Roztwór indygo (1+499) przygotowany wg PN/C-06501.

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

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50÷60 ml, dodać 2 ml roztworu chlorku sodowego, 1 ml roztworu indygo i 10 ml kwasu siarkowego. Zawartość kolby wymieszać do rozpuszczenia fosforanu dwuamonowego i po upływie 10 min dodać 25 ml wody.

Badany fosforan dwuamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 10 min i rozcieńczeniu roztworów zabarwienie badanego roztworu będzie równe lub intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 2 ml roztworu chlorku sodowego, 1 ml roztworu indygo, 10 ml kwasu siarkowego oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,04 mg NO_3^- .

4.2.7. Oznaczanie zawartości siarki ogólnej (jako SO_4^{2-})

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda utleniona, roztwór 30-procentowy.

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

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,01^g, rozpuścić w 15 ml wody, dodać 1 ml wody utlenionej, ogrzać do wrzenia, dodać 1 ml kwasu solnego, zagotować, przesączyć i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04519 sposobem A.

Do roztworów porównawczych dodać:

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

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

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Alkohol izoamylowy cz.d.a.
- Roztwór wzorcowy zawierający Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 10 ml wody w cylindrze pojemności 50 ml, dodać 3 ml kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować przez 2 min, ochłodzić, dodać 1 kroplę roztworu nadmanganianu potasowego, wymieszać, dodać 5 ml roztworu rodanku amonowego i uzupełnić objętość wodą do 25 ml. Do roztworu dodać 5 ml alkoholu izoamylowego i dokładnie wytrząsnąć.

Badany fosforan dwuamonowy odpowiada wymaganiam normy, jeżeli zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie silniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. - 0,02 mg Fe^{3+} .

4.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich grupy siarkowodorowej (Pb^{2+}). 2,5 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 40 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN/C-04515.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,05 mg Pb^{2+} .

4.2.10. Oznaczanie zawartości sodu (Na)

4.2.10.1. Przyrządy. Fotometr płomieniowy typu Zeiss III wraz z kompletnym wyposażeniem.

4.2.10.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek sodowy cz.d.a.
- Stężony roztwór wzorcowy, zawierający jony sodu, otrzymany przez rozpuszczenie 2,5424 g chlorku sodowego, uprzednio wysuszonego w temperaturze $100 \pm 105^\circ\text{C}$, w kolbie pomiarowej pojemności 1 l (roztwór 0,1-procentowy). 10 ml stężonego roztworu wzorcowego rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml - roztwór rozcieńczony 0,01-procentowy.

4.2.10.3. Wykonanie oznaczania. 2,5 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać (roztwór A).

Przygotować serię wzorców na sód przez rozcieńczenie w kolbach pomiarowych pojemności 100 ml niżej podanych objętości wzorcowych roztworów rozcieńczonych.

objętości roztworu 0,01-procentowego:	otrzymane rozcieńczenie roztworu:
1) 10 ml	0,001%
2) 7,5 ml	0,00075%
3) 5 ml	0,0005%
4) 3 ml	0,0003%
5) 1 ml	0,0001%
6) 0,5 ml	0,00005%
7) 0,25 ml	0,000025%

Postępując zgodnie z instrukcją obsługi fotometru płomieniowego spalić roztwory wzorcowe stosując dla sodu filtr selektywny Na 59 o długości fali 588 nm i stosując skalę "mikro".

Równocześnie spalić próbkę badaną (roztwór A). Sporządzić krzywe zależności wychylenia galwanometru od stężenia roztworów wzorcowych i odczytać z niej zawartość sodu w próbce.

Zawartość sodu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{Y \cdot 250}{2,5}$$

w którym:

Y - stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, %,

2,5 - odważka fosforanu dwuamonowego, g.

Roztwór A zachować do oznaczania zawartości potasu wg 4.2.11.

4.2.11. Oznaczanie zawartości potasu

4.2.11.1. Przyrządy. Fotometr płomieniowy typu Zeiss III wraz z kompletnym wyposażeniem.

4.2.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek potasowy.

b) Stężony roztwór wzorcowy, zawierający jony potasu, otrzymany przez rozpuszczenie w wodzie 1,0054 g chlorku potasowego, uprzednio wysuszonego w temperaturze $100 \pm 105^\circ\text{C}$, w kolbie pomiarowej pojemności 1 l (roztwór 0,1-procentowy). 10 ml stężonego roztworu wzorcowego rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml - roztwór rozcieńczony 0,01-procentowy.

4.2.11.3. Wykonanie oznaczania. Przygotować serię wzorców na potas przez rozcieńczenie w kolbach pomiarowych pojemności 100 ml niżej podanych objętości wzorcowych roztworów rozcieńczonych.

objętości roztworu 0,01-procentowego:	otrzymane rozcieńczenie roztworu:
1) 10 ml	0,001%
2) 7,5 ml	0,00075%
3) 5 ml	0,0005%
4) 3 ml	0,0003%
5) 1 ml	0,0001%
6) 0,5 ml	0,00005%
7) 0,25 ml	0,000025%

Postępując zgodnie z instrukcją obsługi fotometru spalić roztwory wzorcowe stosując dla potasu filtr selektywny K 77 o długości fali 768 nm oraz skalę "mikro". Równocześnie spalić próbkę badanego preparatu przygotowanego wg 4.2.10.3 (roztwór A).

Sporządzić krzywe zależności wychylenia galwanometru od stężenia roztworu wzorcowego i odczytać w niej stężenie potasu w badanym roztworze.

Zawartość potasu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{Y \cdot 250}{2,5}$$

w którym:

- Y - stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, %,
- 2,5 - odważka fosforanu dwuamonowego, g.

4.2.12. Oznaczanie zawartości arsenu (As). 2,5 g badanego fosforanu dwuamonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g dla odczynnika cz.d.a. oraz 1 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN/C-04511.

Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg As,
- dla odczynnika cz. - 0,005 mg As.

K O N I E C