wycof 1.04.90
10/89 p. 25
ob. 89/6191-49

3/1306/66

ODCZYNNIKI	NORMA BRANŻOWA	BN-65 6191-49
	Odczynniki **Fluorek potasowy**	Zamiast RN-58/MPCh-1331
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fluorek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Fluorek potasowy ma:

a) wzór chemiczny: $KF \cdot 2H_2O$,

b) ciężar cząsteczkowy: 94,132 (1961).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki fluorku potasowego:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia fluorku potasowego czystego do analizy:

FLUOREK POTASOWY cz.d.a. BN-65/6191-49

1.4. Normy związane

PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych

PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków 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. Pakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Fluorek potasowy powinien mieć postać przeźroczystych bezbarwnych kryształków rozpływających się na powierzchni, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 23 października 1965 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1966 r.
(Mon. Pol. nr poz.)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 0,55 Nakł. 1900+135 Zam. 707/66 T.115 Cena zł 3,60

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Fluorku potasowego ($KF \cdot 2H_2O$), %, co najmniej	98,5	97,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,02	0,1
c) Chlorków (Cl^-), %, najwyżej	0,002	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,02	0,05
e) Siarczynów (SO_3^{2-}), %, najwyżej	0,005	nie normalizuje się
f) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,002	0,005
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,0005	0,001
h) Wolnych kwasów (HF), %, najwyżej	0,05	0,2
i) Wolnych alkaliów (K_2CO_3), %, najwyżej	0,1	0,5
j) Krzemu (Si), %, najwyżej	0,05	0,2

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Fluorek potasowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego, wewnątrz parafinowane, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego uszczelnianymi parafiną. Masa netto: 250, 500 i 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

4.2. Rodzaje badań

4.2.1. Sprawdzanie tożsamości

a) 0,5 g badanego fluorku potasowego zadać w probówce pod wyciągiem 1 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i lekko ogrzać. Wylot probówki zakryć szkiełkiem zegarkowym z zawieszoną kroplą wody. Wywiązujący się fluorowodór nadgryza szkło i zawieszona kropla wody na szkiełku zegarkowym zmętnieje.

b) Odrobinę badanego fluorku potasowego wprowadzić na druciku platynowym do płomienia palnika: płomień zabarwia się na kolor fioletowy.

4.2.2. Oznaczanie zawartości fluorku potasowego

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek sodowy cz.d.a.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

d) Fenoloftaleina - wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

e) Alkohol etylowy 96-procentowy.

f) Wskaźnik mieszany MM: 100 mg czerwieni metylowej i 50 mg błękitu metylenowego rozpuścić w 100 ml alkoholu etylowego.

g) Fluorek potasowy cz.d.a.

h) Siarczan glinowo-potasowy cz.d.a., roztwór 0,5n: 39,5315 g $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ rozpuścić w wodzie, ogrzać do wrzenia, oziębić, przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i dopełnić wodą do kreski. Miano roztworu siarczanu glinowo-potasowego nastawić na fluorek potasowy cz.d.a., o znanej zawartości procentowej, w taki sam sposób jak wykonanie oznaczania (p. 4.2.2.2).

Miano roztworu należy kontrolować co kilka dni.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania, 0,5 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w 50 ml gorącej wody w kolbie stożkowej pojemności 300 ml, roztwór zobojętnić wobec fenoloftaleiny, dodać 1 ÷ 2 krople roztworu wodorotlenku sodowego, 25 g chlorku sodowego ogrzać do wrzenia, dodać 5 krople wskaźnika mieszanego MM i miareczkować roztworem siarczanu glinowo-potasowego do zabarwienia fioletowego. Ponieważ roztwór w czasie miareczkowania stygnie, należy go przed końcem miareczkowania ogrzać do wrzenia, dodać jeszcze 2 krople wskaźnika MM i na gorąco dokończyć miareczkowania.

Zawartość fluorku potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}047065 \cdot 100}{G} = \frac{V \cdot 4{,}7065}{G}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,5m roztworu siarczanu glinowo-potasowego zużytego do miareczkowania, ml,

G - odważka badanego fluorku potasowego, g,

0,047065 - ilość fluorku potasowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,5m roztworu siarczanu glinowo-potasowego, g.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 5 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w parownicy platynowej i rozpuścić w 100 ml wody ogrzewanej na łaźni wodnej w ciągu 30 min. W przypadku gdy roztwór jest kwaśny, należy zobojętnić go roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny (p. 4.2.9). Następnie przesączyć przez szklany tygiel do sączenia nr 4, sączek przemyć wodą i tygiel z pozostałością wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

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

dla odczynnika cz.d.a. - 1 mg,

dla odczynnika cz. - 5 mg.

4.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków. 1 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 25 ml 2,8-procentowego roztworu kwasu borowego cz.d.a., dodać 10 ml wody, w razie potrzeby przesączyć przez sączek dokładnie przemyty gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl^- i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04518, sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

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

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

4.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego fluorku potasowego odważonego w parownicy platynowej z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 75 ml wody. Do roztworu dodać 25 ml kwasu solnego, wymieszać i odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha. Suchą pozostałość zwilżyć 5 ml kwasu solnego, rozpuścić w niewielkiej ilości wody i ponownie odparować do sucha. Pozostałość suszyć przez 2 godz w temperaturze 120°C, następnie zwilżyć 5 ml kwasu solnego i odparować do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 50 ml wody, dodać 1 ml kwasu solnego, przesączyć, sączek przemyć gorącą wodą, uzupełnić ob-

jętość roztworu wodą do 100 ml, roztwór ogrzać do wrzenia, dodać 5 ml roztworu chlorku barowego i pozostawić na 18 ÷ 20 godz. Wydzielony osad odsączyć przez porcelanowy tygiel do sączenia A1, przemyć wodą do zaniku reakcji na jony Cl^-, wysuszyć i wyprażyć do stałej masy.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, o ile masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 2,4 mg,
dla odczynnika cz. - 6,0 mg.

4.2.6. Oznaczanie zawartości siarczynów

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12),
b) Jod cz.d.a., roztwór 0,1n,
c) Skrobia - wskaźnik roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 6 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01g rozpuścić w 150 ml wody, dodać 2 ml kwasu solnego, 1 ml roztworu skrobi i z mikrobiurety dodawać kroplami roztworu jodu do niebieskiego zabarwienia.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do zabarwienia badanego roztworu zużyje się nie więcej niż 0,1 ml roztworu jodu.

4.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem. 1 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 25 ml 2,8-procentowego roztworu kwasu borowego cz.d.a., dodać 10 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN/C-04515.

Do roztworów porównawczych dodać:

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

4.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
d) Roztwór wzorcowy zawierający jony 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. 2 g badanego fluorku potasowego odważonego w parownicy platynowej z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10 ml wody. Do roztworu dodać 2,5 ml kwasu siarkowego i odparować początkowo na wrzącej łaźni wodnej,a następnie na piaskowej do zaniku par kwasu siarkowego. Pozostałość po ostygnięciu rozpuścić ogrzewając w 25 ml wody, dodać 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, uzupełnić objętość roztworu do 30 ml, wymieszać, a następnie dodać 3 ml roztworu amoniaku i ponownie wymieszać.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości 2 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, 5 ml roztworu amoniaku oraz:

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

4.2.9. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów

4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n,

b) Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór 1-procentowy alkoholowy.

c) Woda destylowana nie zawierająca CO_2, przygotowana wg PN/C-06501.

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego fluorku potasowego odważonego w parownicy platynowej z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 40 ml wody. Roztwór oziębić do temperatury 0^oC, dodać 3 krople roztworu fenoloftaleiny. Jeżeli nie wystąpi różowe zabarwienie, wówczas miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 15 sek w temperaturze roztworu nie przekraczającej 0^oC.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,5 ml,

dla odczynnika cz. - 2 ml.

4.2.10. Oznaczanie zawartości wolnych zasad. Jeżeli przy oznaczaniu kwasowości (4.2.9.2) po dodaniu roztworu fenoloftaleiny pojawi się różowe zabarwienie, wówczas mieszając dodać kroplami roztwór 0,1n kwasu solnego cz.d.a. do zaniku różowego zabarwienia.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli objętość ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,15 ml,

dla odczynnika cz. - 0,7 ml.

4.2.11. Oznaczanie zawartości krzemu

4.2.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek glinowy cz.d.a., roztwór 24-procentowy.

b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 5n.

c) Molibdenian amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy przygotowany wg PN/C-04501.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony krzemu, przygotowany w następujący sposób: odważkę krzemianu sodowego ($Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$) odpowiadającą 1 g Si umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml, rozpuścić w wodzie, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i starannie wymieszać. 1 ml otrzymanego roztworu wzorcowego zawiera 1 mg Si.

4.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego fluorku potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody, dodać 15 ml roztworu chlorku glinowego i mieszać, aż początkowo powstały osad rozpuści się. Do roztworu dodać 1 ml kwasu azotowego, 3 ml roztworu molibdenianu amonowego, ogrzać do temperatury 50 ÷ 60^oC i utrzymać w tej temperaturze w ciągu 5 min. Następnie roztwór oziębić, dodać 25 ml kwasu azotowego, przenieść roztwór do cylindra pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem, uzupełnić objętość roztworu wodą do 80 ml i wymieszać.

Badany fluorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie badanego roztworu nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w tych samych warunkach i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,25 mg Si,

dla odczynnika cz. - 1 mg Si.

K O N I E C