

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Odczynniki	6191-108
	Fosforan sodowy dwuzasadowy	Zamiast PN-57/C-80085
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fosforan sodowy dwuzasadowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fosforan sodowy dwuzasadowy ma:

- a) wzór chemiczny: $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
b) masę cząsteczkową: 358,14 (1961 r.).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
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-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównych składników i zanieczyszczeń rozróżnia się trzy

1) Symbol wg SWW dla odczynników:
ch.cz. - 1331-435,
cz.d.a. - 1331-411,
cz. - 1331-425.

gatunki fosforanu sodowego dwuzasadowego oznaczane:
ch.cz. - chemicznie czysty,
cz.d.a. - czysty do analizy,
cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia fosforanu sodowego dwuzasadowego chemicznie czystego:

FOSFORAN SODOWY DWUZASADOWY ch.cz. BN-72/6191-108

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fosforan sodowy dwuzasadowy powinien mieć postać bezbarwnych, przezroczystych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, wietrzejących na powietrzu i topiących się w temperaturze 38°C we własnej wodzie krystalizacyjnej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Fosforanu sodowego dwuzasadowego ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), %, w granicach	99,0÷101,0	98,0÷102,0	98,0÷102,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % nie więcej niż	0,005	0,005	0,01
c) pH 5-procentowego roztworu w granicach	6,7÷9,3	8,7÷9,3	8,5÷9,3
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %	0,015	0,01	0,02
f) Azotu ogólnego (N), %	0,001	0,001	0,002
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
h) Metali ciężkich grupy siarkowodorowej (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
i) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00025	0,00025	0,001
j) Potasu (K^+), %, nie więcej niż	0,01	nie normalizuje się	

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 30 sierpnia 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 marca 1973 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 21/1972 poz. 46)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Fosforan sodowy dwuzasadowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki szklane z korkiem zwykłym chronionym folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub z innego tworzywa sztucznego, oraz dla produktu cz. worki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000, 2500, 5000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, o ile przeprowadzone próby wykażą, 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 próby powinna wynosić najmniej 500 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości fosforanu sodowego dwuzasadowego ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Oranż metylowy wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.
- Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór nasycony.

5.2.2. Wykonanie oznaczania

5.2.2.1. Metoda A potencjometryczna - arbitrażowa. Około 4,0000 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego rozpuścić w 100 cm³ wody i miareczkować roztworem kwasu solnego potencjometrycznie, stosując elektrody antymonową lub szklaną i nasyconą kalomelową do skoku potencjału.

Zawartość fosforanu sodowego dwuzasadowego ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,1791 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- V_1 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm³
- m_1 - odważka badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego, g,
- 0,1791 - ilość fosforanu sodowego dwuzasadowego ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego, g.

5.2.2.2. Metoda B chemiczna. Około 5,0000 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego rozpuścić w 100 cm³ wody dodać 5 cm³ roztworu chlorku sodowego i 2 - 3 kropli roztworu oranżu metylowego.

Następnie roztwór miareczkować roztworem kwasu solnego do zmiany zabarwienia roztworu.

Zawartość fosforanu sodowego dwuzasadowego ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) obliczyć w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot 0,1791 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

- V_2 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm³
- m_2 - odważka badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego, g,
- 0,1791 - ilość fosforanu sodowego dwuzasadowego ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego, g.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego rozpuścić w 500 cm³ wody i ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemytą wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g, szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm³ wody i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot 100}{50}$$

w którym: a - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.4. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory. Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego rozpuścić w 95 cm³ wody, pH roztworu oznaczyć elektrometrycznie, stosując elektrody szklaną i kalomelową.

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. 2,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. i 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 15 cm³ wody, dodać 8 cm³ roztworu kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu azotanu srebra, wymieszać i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.5. Sposób A.

Badany fosforan sodowy dwuzasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 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 Cl^- ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczenie 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. 2,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego dla odczynnika ch.cz., cz.d.a. oraz 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 46 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany fosforan sodowy dwuzasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,10 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,20 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz. - 0,20 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczenie zawartości azotu ogólnego (N)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory i aparatura wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1 i 2.4.2.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego rozpuścić w 150 cm^3 wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany fosforan sodowy dwuzasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg N,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg N,
dla odczynnika cz. - 0,04 mg N

i te same ilości odczynników.

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

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

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego rozpuścić w 15 cm^3 wody dodać roztworu kwasu solnego do pH 2 ÷ 2,5, następnie dodać 5 cm^3 kwasu askorbinowego i 5 cm^3 roztworu 2,2-dwupirydyli i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.1.

Badany fosforan sodowy dwuzasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od za-

barwienia 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. - 0,02 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

5.2.9. Oznaczenie zawartości metali ciężkiej grupy siarkowodorowej (Pb^{2+})

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

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego dla odczynnika ch.cz., 2,00 g dla odczynnika cz.d.a. i 1,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 15 cm^3 wody, zobojętnić kwasem octowym lodowatym wobec papierka lakmusowego, dopełnić objętość roztworu wodą do 20 cm^3 i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany fosforan sodowy dwuzasadowy 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. - 0,02 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

5.2.10. Oznaczenie zawartości arsenu (As)

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-0451 p. 2.4.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. i 0,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 30 cm^3 wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany fosforan sodowy dwuzasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,0025 mg As,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,0025 mg As,
dla odczynnika cz. - 0,005 mg As

i te same ilości odczynników.

5.2.11. Oznaczenie zawartości potasu (K^+)

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory i aparatura wg PN-68/C-04953 oraz fosforan sodowy dwuzasadowy niezawierający potasu, roztwór 10-procentowy przygotowany w następujący sposób: 10,00 g fosforanu sodowego dwuzasadowego niezawierającego potasu (sprawdzony w warunkach badania niniejszej normy) umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 rozpuścić w wodzie, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

5.2.11.2. Przygotowanie roztworów wzorcowych. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności po 100 cm³ wprowadzić po 10 cm³ roztworu fosforanu sodowego dwuzasadowego, niezawierającego potasu i rozcieńczyć 20 cm³ wody.

Do każdej kolby dodać dalej podane ilości potasu (roztworu chlorku potasowego zawierającego 0,1 mg K na 1 cm³), rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

Porównawczy roztwór wzorcowy I (bez wprowadzania potasu).

Roztwór wzorcowy II zawierający 0,05 mg K, co odpowiada 0,005% K w preparacie.

Roztwór wzorcowy III zawierający 0,1 mg K, co odpowiada 0,01% K w preparacie.

Roztwór wzorcowy IV zawierający 0,15 mg K, co odpowiada 0,015% K w preparacie.

Roztwór wzorcowy V zawierający 0,3 mg K, co odpowiada 0,03% K w preparacie.

Roztwór wzorcowy VI zawierający 0,5 mg K, co odpowiada 0,05% K w preparacie.

Krzywą wzorcową wykonać zgodnie z PN-68/C-04953.

5.2.11.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu sodowego dwuzasadowego ch.cz. umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 p. 2.6, posługując się krzywą wzorcową przygotowaną wg p. 5.2.11.2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6191-108

1. Istotne zmiany do PN-57/C-80085

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) wprowadzono oznaczenie pH 5-procentowego roztworu w miejsce oznaczenia odczynu i fosforynów,
- c) wprowadzono potencjometryczną metodę oznaczania zawartości głównego składnika,
- d) wprowadzono oznaczenie zawartości potasu dla odczynnika ch.cz.,
- e) zmieniono metodę oznaczania zawartości siarczanów z wagowej na turbidymetryczną,

- f) zmieniono metodę oznaczania zawartości żelaza z sulfosalicylowej na dwupirydylową,
- g) dostosowano wymagania i metody badań do Zalecenia normalizacyjnego RWFG.

2. Zalecenia międzynarodowe

RWFG PC-1738-69 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещённый