

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	
	Odczynniki	
	Fosforan jednoamonowy	
	BN-73 6191-30	
		Zamiast BN-64/6191-30
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Fosforan jednoamonowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$,
- b) masę cząsteczkową 115,03 (1967).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby oznaczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- 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-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
- 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/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

¹⁾ Symbole wg SWW:
dla ch.cz. 1331-435,
dla cz.d.a. 1331-111,
dla cz. 1331-425.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki fosforanu jednoamonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia fosforanu jednoamonowego chemicznie czystego:

POSFORAN JEDNOAMONOWY ch.cz. BN-73/6191-30

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fosforan jednoamonowy powinien mieć postać bezbarwnych, przeźroczystych kryształów lub brył barwy białej, rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Fosforanu jednoamonowego ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), %, nie mniej niż	99,5	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01	0,02
c) pH 5-procentowego roztworu wodnego w temperaturze 20°C	4,0÷4,5	4,0÷4,5	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, najwyżej	0,0005	0,0005	0,003
e) Azotanów (NO_3^-), %, najwyżej	0,0005	0,001	0,002
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,005	0,005	0,01
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,001	0,001	0,004
h) Metali ciężkich strąconych siarkowodorem (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,0005	0,0005	0,001
i) Sodu (Na^+), %, najwyżej	0,02	0,02	0,04
j) Potasu (K^+), %, najwyżej	0,04	0,04	0,08
k) Arsenu (As), %, najwyżej	0,00005	0,0001	0,0001

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne” dnia 29 września 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 46/1973 poz. 134)

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

Fosforan jednoamonowy należy pakować, przecho-
wywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80004.

Rodzaje opakowań:

- słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucz-
nego z uszczelką polietylenową inną chemicznie od-
porną lub podkładką tekturową chronioną folią po-
lietylenową albo folią z innego tworzywa sztucz-
nego;

- worki papierowe, worki z polietylenu lub z
innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto powinna wynosić: 50 g, 100 g,
250 g, 500 g, 1000 g, 2500 g, 3000 g. Dla fosfo-
ranu jednoamonowego cz. dopuszcza się masę opako-
wania 30 kg.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj
i wielkość opakowania, jeżeli zabezpiecza ono pro-
dukt w sposób nie gorszy niż wymienione opako-
wania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymia-
rowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości fosforanu jednoamono-
wego (3.3 a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpusz-
czalnych (3.2 b),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2 c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2 d),
- oznaczanie zawartości azotanów (3.2 e),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2 f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2 f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich strąca-
nych siarkowodorem (3.2 h),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2 i),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2 j),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2 k).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać
zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki labo-
ratoryjnej powinna wynosić co najmniej 300 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości fosforanu jednoamono- owego (NH_4^+)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek sodowy cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 1n.
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procen-
towy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,0000 g
drobno roztartego badanego fosforanu jednoamono-
wego rozpuścić bezpośrednio przed wykonaniem ozna-
czania w 35 cm³ wody gotowanej. Do roztworu dodać
5 g chlorku sodowego, rozpuścić zawartość kolby,
roztwór ochłodzić do 0°C, dodać 3 krople feholo-
ftaleiny i miareczkować w tej temperaturze roztwo-
rem wodorotlenku sodowego do słabo różowego za-
barwienia.

Zawartość fosforanu jednoamonowego (X) obliczyć
w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,1150 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 1n roztworu wodorotlen-
ku sodowego zużytego do miareczkowania,
cm³,

0,1150 - ilość $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ odpowiadająca 1 cm³ 1n
roztworu wodorotlenku sodowego, g,

m - odważka badanego fosforanu jednoamono-
wego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nieroz-
puszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego fosforanu
jednoamonowego rozpuścić w zlewce w 250 cm³ wody.
Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać
na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 1 godz, następnie
przesączyć przez zważony szklany tygiel do sącze-
nia nr 4. Pozostałość na tyglu przemyć wodą i wy-
suszyć do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie
(X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot 100}{25}$$

w którym:

A₁ - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego

5.3.3.1. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego
fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 95 cm³ wody
nie zawierającej CO₂; oznaczenie wykonać na pe-
hametrze.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego
fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 15 cm³ wody.
W razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek
przemyty gorącym, 1-procentowym roztworem kwasu a-
zotowego. Dalej postępować wg PN-68/C-04518 spo-
sób A.

Badany fosforan jednoamonowy odpowiada wymaga-
niom normy, jeżeli opalescencja powstała w bada-
nym roztworze po 10 min nie będzie intensywniej-
sza od opalescencji roztworu porównawczego przy-
gotowanego równocześnie i zawierającego w tej sa-
mej objętości te same ilości odczynników oraz:

0,010 mg Cl⁻ - dla odczynnika ch.cz.,

0,010 mg Cl⁻ - dla odczynnika cz.d.a.,

0,06 mg Cl⁻ - dla odczynnika cz.

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/
C-04509 p. 2.5.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego
fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 10 cm³ wody.
Dalej postępować wg PN-68/C-04509 p. 2.5.

Badany fosforan jednoamonowy odpowiada wymaga-
niom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu

będzie równe lub intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- 0,005 mg NO_3^- - dla odczynnika ch.cz.,
- 0,01 mg NO_3^- - dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,02 mg NO_3^- - dla odczynnika cz.

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 46 cm^3 wody. Dalej postępować wg PN-63/C-04519.

Badany fosforan jednoamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 2 cm^3 roztworu kwasu solnego stężonego, ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 5 min, po czym roztwór ochłodzić. Dalej postępować wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

Badany fosforan jednoamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same odczynniki oraz:

- 0,005 mg Fe^{3+} - dla odczynnika ch.cz.,
- 0,005 mg Fe^{3+} - dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,02 mg Fe^{3+} - dla odczynnika cz.

5.3.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strączanych siarkowodorem (jako Pb^{2+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 40 cm^3 wody. Do roztworu dodać 5 cm^3 kwasu octowego i 10 cm^3 wody siarkowodorowej.

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

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

5.3.9. Oznaczanie zawartości sodu (Na^+) - wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania przygotować 1-procentowy roztwór badanego fosforanu jednoamonowego.

5.3.10. Oznaczanie zawartości potasu (K^+) - wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania przygotować 1-procentowy roztwór badanego fosforanu jednoamonowego.

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego fosforanu jednoamonowego rozpuścić w 30 cm^3 wody i oznaczenie wykonać wg PN/C-04511.

Badany fosforan jednoamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez badany roztwór fosforanu jednoamonowego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- 0,001 mg As - dla odczynnika ch.cz.,
- 0,002 mg As - dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,002 mg As - dla odczynnika cz.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-30

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-30

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) zmieniono metodą oznaczania zawartości żelaza,
- c) zamiast oznaczania siarki całkowitej (jako siarcza-

ny), wprowadzono oznaczanie siarczanów,
d) dostosowano badania do Zalecenia RWPG PC 2686-70.

2. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 2686-70 - norma zgodna.