

wycof 1.09.90
6/90 poz 11 6197

SWW ch.cz. 1331-435

cz.d.a. 1331-111

cz. 1331-425

UKD 546.32'131-41

ob 89/6191-127

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-74
	Odczynniki Chlorek potasowy		6191-127
			Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek potasowy ma:

- wzór chemiczny — KCl ,
- masę cząsteczkową — 74,55.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku potasowego chemicznie czystego:

CHLOREK POTASOWY ch.cz. BN-74/6191-127

3. WYMAGANIA

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

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku potasowego (KCl), %, nie mniej niż	99,8	99,5	99,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,02
c) pH 5-procentowego roztworu	5,5÷8,0	5,5÷8,0	nie normalizuje się

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,003	0,01
e) Azotu całkowitego, %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,001
f) Straty prażenia, %, nie więcej niż	0,5	1,0	1,5
g) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002	0,005
h) Chloranów (ClO_3^-), %, nie więcej niż	0,0012	0,0012	0,0024
i) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0003	0,0005
j) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,005	0,01
k) Magnezu (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,003	0,005
l) Sodu (Na^+), %, nie więcej niż	0,1	0,2	nie normalizuje się
m) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
n) Jodków i bromków ($\text{J} + \text{Br}^-$)	wg 5.2.14		
o) Baru (Ba^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,005	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chlorek potasowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką teksturową, chronioną 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: 100, 250, 500, 1000 g, 50 kg.

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

5. BADANIA

5.1. Pobieranie średniej próbki laboratoryjnej. Średnią próbkę laboratoryjną pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić najmniej 400 g.

5.2. Opis i wykonanie badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości chlorku potasowego (KCl)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., 0,1n roztwór.
- b) Chromian potasowy cz.d.a., 5-procentowy roztwór.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3000 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody w kolbie pojemności 250 cm³. Roztwór zakwasić 10 cm³ kwasu azotowego, dodać 1÷2 cm³ chromianu potasowego i mieszając miareczkować roztworem azotanu srebra do pierwszej zmiany żółtego zabarwienia roztworu.

Zawartość KCl (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,007456 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra zużyta do miareczkowania, cm³,

0,007456 — ilość KCl odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g,

m — odważka badanego KCl, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 100 cm³ wody. Roztwór ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej i przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość w tyglu przemyć wodą i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Otrzymany roztwór dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. powinien być przezroczysty i bezbarwny.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{A_2 \cdot 100}{50}$$

w którym:

A_2 — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego chlorku potasu rozpuścić w 100 cm³ wygotowanej wody i wykonać oznaczenie elektrometrycznie.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu będzie się mieściło w granicach 5,5÷8,0 dla gatunków ch.cz. i cz.d.a.

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

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 30 cm³ wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze po upływie 30 min nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,04 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} .

5.2.5. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N)

5.2.5.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody, w kolbie aparatu destylacyjnego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,05 mg N,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg N,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg N.

5.2.6. Oznaczanie strat prażenia. Około 5,0000 g badanego chlorku potasowego umieścić w tyglu platynowym i wyprażyć w piecu w temperaturze

500÷600°C do stałej masy (około 2 godz). Pozostałość po prażeniu (X_3) obliczyć wg wzoru w procentach

$$X_3 = \frac{(M_1 - A_1) \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- m_1 — odważka badanego chlorku potasu, g,
 A_1 — masa wyprażonej pozostałości, g.

5.2.7. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 15 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3. Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie roztworu badanego po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg PO_4^{3-} ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg PO_4^{3-} ,
 dla odczynnika cz. — 0,1 mg PO_4^{3-} .

5.2.8. Oznaczanie zawartości chloranów (ClO_3^-)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Indygokarmin, roztwór przygotowany w następujący sposób: 0,230 g indygokarminu umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ i rozpuścić w mieszaninie składającej się z 200 cm³ wody i 25 cm³ kwasu siarkowego. Objętość roztworu dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać roztwór 1.

20 cm³ roztworu 1 umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³ i dopełnić objętość roztworu wodą do kreski — roztwór 2. Roztwór 2 powinien być świeżo przygotowany.

b) Kwas siarkowy cz.d.a.

c) Chlorek sodowy, 0,25-procentowy roztwór.

d) Roztwór wzorcowy zawierający ClO_3^- , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1 : 99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg ClO_3^- .

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 15 cm³ wody. Do roztworu dodać 2 cm³ roztworu chlorku sodowego. 1 cm³ indygokarminu, 10 cm³ kwasu siarkowego i wymieszać. Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie słabsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,012 mg ClO_3^- ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,012 mg ClO_3^- ,
 dla odczynnika cz. — 0,024 mg ClO_3^- .

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

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

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody. Do roztworu dodać 1 cm³ kwasu solnego (pH=2), 5 cm³ roztworu kwasu askorbinowego, 5 cm³ roztworu 2,2-dwupirydylu, około 15 cm³ wody i doprowadzić pH roztworu do około 4 roztworem amoniaku wobec papierka uniwersalnego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.3.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe czerwone zabarwienie badanego roztworu po upływie 30 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Fe,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Fe,
 dla odczynnika cz. — 0,025 mg Fe.

5.2.10. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd cz.d.a., roztwór alkoholowy 0,02-procentowy przygotowany w następujący sposób: 0,02 g mureksydu rozpuścić w 35 cm³ alkoholu etylowego i dopełnić wodą do objętości 10 dm³.

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

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10 : 990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

d) Kwas askorbinowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.

e) Cyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w wodzie, w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³ i dopełnić wodą do kreski (roztwór A). Następnie pobrać pipetą 5 cm³ roztworu A (0,5 g preparatu) dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 2,5 cm³ roztworu A (0,25 g preparatu) dla odczynnika cz., umieścić w probówce z bezbarwnego szkła pojemności 25÷35 cm³, dodać 2 cm³ roztworu kwasu askorbinowego, zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm³ cyjanu potasowego, 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, pozostawić na 5 min, dodać 1 cm³ roztworu mureksydu, wytrząsnąć i rozcieńczyć wodą do 10 cm³.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 2 min, obserwowany w przechodzącym świetle na tle

mlecznego szkła, różowy odcień badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od różowego odcienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym zawierającym w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Ca^{2+} ,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Ca^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,025 mg Ca^{2+}

oraz 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 1 cm³ roztworu mureksydu.

Zabarwienie roztworów jest trwałe w ciągu 8÷10 min.

5.2.11. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+})

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Żółcień tytanowa wsk., roztwór 0,05-procentowy, świeżo przygotowany.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 30-procentowy, nie zawierający węglanów, przygotowany wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 18 cm³ wody, dodać 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, 0,2 cm³ roztworu żółcień tytanowej i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Mg^{2+} ,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Mg^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Mg^{2+} .

5.2.12. Oznaczanie zawartości sodu (Na^+) wykonać wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania przygotować 1-procentowy roztwór badanego siarczanu potasowego.

5.2.13. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb^{2+})

5.2.13.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515.

5.2.13.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

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

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

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

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb^{2+} .

5.2.14. Oznaczanie zawartości jodków i bromków ($\text{J}^- + \text{Br}^-$)

5.2.14.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy 95%.

b) Chloroform cz.d.a.

c) Woda chlorowa rozcieńczona w stosunku 1 : 3.

5.2.14.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 7 cm³ wody ogrzanej do 50°C. Roztwór ostrożnie wlać do 30 cm³ alkoholu etylowego i po ochłodzeniu przesączyć. Przesącz odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Pozostałość po oziębieniu rozpuścić w 5 cm³ wody, przelać do bezbarwnej próbki, dodać 1 cm³ chloroformu, a następnie wstrząsając dodać 5 kropli wody chlorowej.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy chloroformowej będzie najwyżej lekko żółtawe lub lekko różowe.

5.2.15. Oznaczanie zawartości baru (Ba^{2+})

5.2.15.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., 16-procentowy roztwór.

b) Alkohol etylowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający Ba^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ba^{2+} .

5.2.15.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorku potasowego rozpuścić w 15 cm³ wody (w razie potrzeby roztwór przesączyć), dodać 5 cm³ alkoholu etylowego, 0,6 cm³ roztworu kwasu siarkowego i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalescencja badanego roztworu po upływie 30 min nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg Ba^{2+} ,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg Ba^{2+} .

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne — liwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-56/C-80079

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) wprowadzono oznaczania: pH 5-procentowego roztworu w gatunkach ch.cz. i cz.d.a. pozostałości po prażeniu baru,
- c) obniżono zawartość siarczanów w gatunku cz.d.a. raz zawartość wapnia w gatunku cz.d.a.,
- d) dostosowano wymagania i metody badań do zalecenia RWPG PC 2677-70.

Dotychczas obowiązująca PN-56/C-80079 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1975 r.

3. Normy związane

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości 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-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 2677-70 Реактивы. Калий хлористый

49 **BN-74/6191-127 Odczynniki. Chlorek potasowy**
X 51

zmiana 1
18.8.80 r.

1. W punkcie 3.2a), po słowach: zawartość chlorku potasowego (KCl),
dopisuje się: w preparacie wyprażonym — i dalej bez zmian;

f) Straty prażenia, %, nie więcej niż, dla gatunku ch.cz., zamiast: 0,5, powinno
być: 0,2; dla gatunku cz.d.a., zamiast: 1,0, powinno być: 0,5; dla gatunku cz., zamiast:
1,5, powinno być: 1,0.

2. W punkcie 5.2.1.2, w drugim wierszu, po słowie: badanego, dopisuje się:
uprzednio wyprażonego wg p. 5.2.6 — i dalej bez zmian.

(Biuletyn PKNMiJ nr 11—12/80 poz. 80)

3 **BN-74/6191-127 Odczynniki. Chlorek potasowy**
1051

poprawka 1

W punkcie 5.2.1.2, drugie zdanie, wykreśla się początek drugiego zdania do prze-
cinka: Roztwór zakwasić 10 cm³ kwasu azotowego.

zmiana 1 — Biuletyn PKNMiJ nr 3/81 poz. 27

(Biuletyn PKNMiJ nr 9/86 poz. 81)