

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-153
	Pirosiarczyn potasowy (Dwusiarczyn potasowy)	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest pirosiarczyn potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Pirosiarczyn potasowy ma:

- wzór chemiczny: $K_2S_2O_8$,
- masę cząsteczkową: 222,33.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń w normie ustalono dwa gatunki pirosiarczynu potasowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia pirosiarczynu potasowego czystego do analizy:

PIROSIARCZYN POTASOWY cz.d.a. BN-78/6191-153

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Pirosiarczyn potasowy powinien mieć postać krystalicznego proszku barwy białej, rozpuszczalnego w wodzie, trudno rozpuszczalnego w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość pirosiarczynu potasowego ($K_2S_2O_8$), %, nie mniej niż	96	95
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,003
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

Pirosiarczyn potasowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania — słoiki ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 250, 500, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli 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. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości pirosiarczynu potasowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2f),

5.2. Pobieranie próbek. Średnią próbkę laboratoryjną należy pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii nie więcej niż 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej: 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 1 grudnia 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1979 poz. 27)

d) wielkość próbki ogólnej — równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej: 300 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości pirosiarczynu potasowego ($K_2S_2O_5$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jod cz.d.a., 0,1N roztwór.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., 0,1N roztwór.
- Kwas solny cz.d.a., 25-procentowy roztwór.
- Skrobia 1-procentowa, roztwór świeżo przyrządzony.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,1200 g badanego pirosiarczynu potasowego i przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, z doszlifowanym korkiem zawierającej 50 cm³ roztworu jodu, 30 cm³ wody i 5 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu solnego, kolbę zamknąć korkiem i mieszając doprowadzić do rozpuszczenia.

Nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarczynu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania około 2 cm³ roztworu skrobi.

Równocześnie wykonać badanie kontrolne, miareczkując roztworem tiosiarczynu sodowego roztwór zawierający 50 cm³ roztworu jodu, 50 cm³ wody i 5 cm³ roztworu kwasu solnego.

Zawartość pirosiarczynu potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,005558 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,5558}{m} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczynu sodowego zużytego do miareczkowania próby kontrolnej, cm³,

V — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczynu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

m — odważka badanego pirosiarczynu potasowego,

0,005558 — ilość $K_2S_2O_5$ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu jodu, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 30,00 g badanego pirosiarczynu potasowego rozpuścić w 300 cm³ ciepłej wody, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04417.

Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a — 1,5 mg,

dla odczynnika cz. — 3 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 oraz nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego pirosiarczynu potasowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ i rozcieńczyć wodą do kreski. Pobrać 20 cm³ roztworu (= 0,2 g preparatu), umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³, następnie dodać 0,5 cm³ roztworu nadtlenku wodoru, 0,2 cm³ roztworu kwasu azotowego. Przykryć kolbę szkiełkiem zegarkowym i zagotować na płytce elektrycznej, i przez dalsze 5 min gotować.

Po ochłodzeniu roztwór doprowadzić do objętości 43 cm³, dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra. Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518, sposób A.

Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Cl^- .

5.3.4. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,19).
- Winian sodowo-potasowy, 20-procentowy roztwór.
- Wodorotlenek sodowy, 10-procentowy roztwór.

d) Roztwór wzorcowy ołowiu przygotowany z octanu ołowiawego wg PN-68/C-06500 rozcieńczony w stosunku 1:99, 0,001N roztworem kwasu octowego. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} . Rozcieńczony roztwór wzorcowy ze względu na nietrwałość powinien być przyrządzony bezpośrednio przed użyciem.

e) Tioacetamid, 2-procentowy roztwór trwały w ciągu 3 dni.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego pirosiarczynu potasowego rozpuścić w 10 cm³ wody w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 2 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,19), odparować na wrzącej łaźni wodnej do sucha i ogrzewać przez 15 min na kuchence elektrycznej. Pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 0,5 cm³ roztworu winianu sodowo-potasowego, zneutralizować wobec papierka lakmusowego roztworem wodorotlenku sodowego, dodając ponadto 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego. Uzupełnić wodą do

30 cm³, wymieszać, dodać 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu i ponownie wymieszać.

Badany pirosiarczyn potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu po 10 min nie jest intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości rozpuszczoną pozostałość po odparowaniu 12 cm³ kwasu solnego (1,19).

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb,

dla odczynnika cz. — 0,03 mg Pb

oraz 0,5 cm³ winianu sodowo-potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu.

5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.5.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-75/C-04521.02 p. 3.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-045521.02 p. 4 oraz kwas solny 1,19; 1,12.

5.3.5.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50 cm³: 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 mg Fe. Każdy z tych roztworów umieścić w zlewce pojemności 250 cm³. Do roztworów dodać 0,2 cm³ roztworu kwasu solnego, 5 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy. Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka lakmusowego), 10 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyli.

Następnie przenieść ilościowo roztwory do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Po 30 min przelać roztwór do kuwety i zmierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm. Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach. Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydyli.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego pirosiarczynu potasowego rozpuścić w 10 cm³ wody w zlewce pojemności 50 cm³, dodać ostrożnie 2 cm³ kwasu solnego (1,19) i odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej.

Po oziębieniu pozostałość rozpuścić w 20 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{a}{m_1 \cdot 10} \quad (2)$$

w którym:

a — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

*m*₁ — odważka badanego produktu, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu wzorcowego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe²⁺,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe²⁺.

5.3.6. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.6.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-75/C-04511 p. 2.2.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04511 p. 2.3.

5.3.6.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

5.3.6.4. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego pirosiarczynu potasowego rozpuścić w 25 cm³ wody destylowanej w zlewce pojemności 100 cm³, dodać ostrożnie 12 cm³ wody utlenionej, po czym ogrzać do wrzenia i odparować do objętości około 40 cm³. Po ochłodzeniu roztwór przenieść do aparatu do oznaczania arsenu i dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość arsenu w miligramach w próbce badanej odczytać z krzywej wzorcowej.

Oddzielnie należy wykonać ślepą próbę z wszystkimi odczynnikami używanymi w przygotowaniu próbki badanej do oznaczania arsenu.

Otrzymaną zawartość arsenu w ślepej próbce należy odjąć od zawartości arsenu w badanej próbce.

Zawartość arsenu (X₂) w próbce badanej obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m^2} \quad (3)$$

w którym:

*a*₁ — zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

*m*₂ — odważka badanego pirosiarczynu potasowego, g.

Dopuszcza się oznaczanie arsenu metodą Gutzeita wg Farmakopei Polskiej IV, tom I, str. 75, metoda II.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

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

Farmakopea Polska IV, tom I, Państwowy Zakład Wydawnictw Lekarskich, Warszawa 1965 r.

3. Zgodność normy z dokumentami międzynarodowymi. Norma jest wdrożeniem Zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 4876-75 Реактивы. Калий пиросернистокислый

4. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-55/MPCh/05-420.