

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Pestycydy fosforoorganiczne Szybkie oznaczanie fosforu	6051-02
		Grupa katalogowa X 16

### 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda szybkiego oznaczania fosforu w pestycydach fosforoorganicznych.

1.2. Zakres stosowania. Metodę podaną w normie stosuje się do oznaczania zawartości fosforu w stałych i ciekłych pestycydach fosforoorganicznych o zawartości fosforu nie mniejszej niż 10%, z wyjątkiem związków fosforoorganicznych zawierających w cząsteczce metale ciężkie.

### 2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na spalaniu badanej substancji fosforoorganicznej w tlenie i na kolorymetrycznym oznaczaniu zawartości fosforu przez pomiar ekstynkcji przy długości fali elektromagnetycznej 660 m $\mu$ .

#### 2.2. Przyrządy

a) Kolba stożkowa ze szkła jenajskiego pojemności 500 ml z doszlifowanym korkiem, w który wtopiony jest drut platynowy o grubości 0,5 ÷ 1 mm i długości około 13 mm (rys. 1).

b) Fotokolorometr.

c) Waga półmikroanalityczna z dokładnością odczytu do 0,01 mg.

d) Sekundomierz z podziałką co 0,2 sek.

#### 2.3. Odczynniki i roztwory

a) Molibdenian amonowy cz., roztwór 2,5-procentowy.

b) Zasadowy azotan bizmutawy sporządzony w następujący sposób: 50 g azotanu bizmutawego cz. rozetrzeć w moździerzu z 200 ml wody. Do otrzymanej gęstej masy dodać przy ciągłym mieszaniu 1050 ml wrzącej wody. Po wytrąceniu osadu ciecz zdekantować, osad odsączyć i przemyć 300 ml zimnej wody. Osad wysuszyć w temperaturze 30°C.

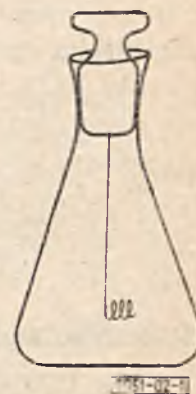
c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 7n.

d) Kwas askorbinowy cz.d.a.

e) Wzorcowy roztwór ortofosforanu jednopotasowego sporządzony w następujący sposób: odważyć 0,4394 g ortofosforanu jednopotasowego cz.d.a. wysuszonego do stałej masy nad kwasem siarkowym rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić zawartość kolby wodą do kreski. Pobrać 50 ml tego roztworu, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml i uzupełnić wodą do kreski. 1 ml tego roztworu zawiera 0,01 mg fosforu.

f) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4) rozcieńczony w stosunku 1:4.

g) Tlen sprężony techniczny.



Rys. 1



Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”  
dnia 27 sierpnia 1964 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań  
od dnia 1 stycznia 1965 r. (Mon. Pol. nr 72/1964 poz. 340)

## 2.4. Przygotowanie do oznaczania

2.4.1. Przygotowanie odczynnika do reakcji barwnej. 0,5 g zasadowego azotanu bizmutowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić w 50 ml 7n kwasu siarkowego. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć 50 ml 2,5-procentowego roztworu molidenianu amonowego, dodać całość sporządzonego roztworu zasadowego azotanu bizmutowego i 1 g kwasu askorbinowego, po czym dokładnie wymieszać. Odczynnik jest nietrwały, należy go przygotować bezpośrednio przed użyciem do wywołania reakcji barwnej.

2.4.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 1 ml wzorcowego roztworu ortofosforanu jednopotasowego, dodać 10 ml odczynnika do reakcji barwnej przygotowanego bezpośrednio przed użyciem, uzupełnić do kreski i wymieszać. Włączyć sekundomierz. Po 5 min zmierzyć za pomocą fotokolorymetru ekstynkcję zabarwionego na niebiesko roztworu w kuwecie grubości 20 mm, przy użyciu żółtych filtrów. W taki sam sposób kolejno przygotować roztwory biorąc 5, 10, 15, 20 i 25 ml wzorcowego roztworu ortofosforanu jednopotasowego i zmierzyć ich ekstynkcję. Wyniki pomiarów zapisać w sposób podany w tabelicy.

Objętość roztworu wzorcowego ml	Zawartość fosforu w roztworze użytym do pomiaru mg/100 ml	Ekstynkcja E
1	0,01	
5	0,05	
10	0,1	
15	0,15	
20	0,2	
25	0,25	

Następnie sporządzić wykres krzywej wzorcowej (rys. 2), przedstawiającej zależność ekstynkcji roztworu E od zawartości fosforu P. Wykres sporządzić na papierze milimetrowym, przyjmując następującą skalę pozwalającą na odczytanie zawartości fosforu z dokładnością do 0,002 mg:

0,01 mg fosforu = 1 cm,

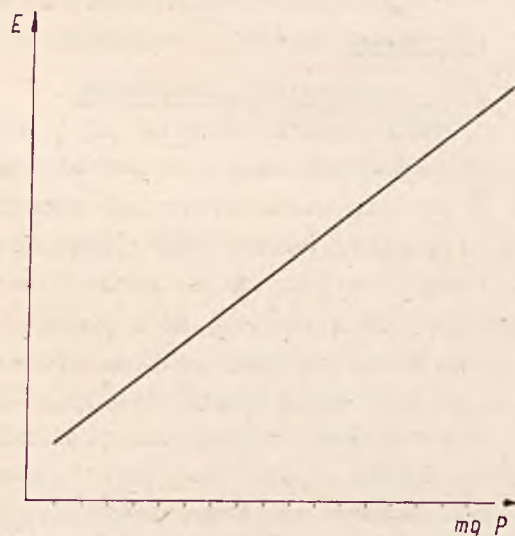
0,1 E = 2 cm.

## 2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Wytyczne ogólne. Przy oznaczaniu należy przestrzegać przepisów BHP, stosując okulary ochronne, rękawice gumowe i maskę przeciwgazową z pochłaniaczem uniwersalnym. Spalanie należy wykonywać za osłoną ze szkła.

2.5.2. Przygotowanie próbek substancji stałej. Około 10 mg badanej substancji odważyć z dokładnością do 0,01 mg na kłódeczce z cynfolii. Odważkę zsytać na wycinek bezpopiołowej bibuły do sączenia, której kształt i wymiary podano na rys. 3, zwinąć wzdłuż linii kreskowanych w gilzę, a następnie w rulonik i umieścić w spirali drutu platynowego. Lont z bibuły powinien wystawać na zewnątrz spirali.

2.5.3. Przygotowanie próbki substancji ciekłej. Około 10 mg badanej substancji odważyć z dokładnością do 0,01 mg w zważonej ampulce szklanej długości 2 cm, zwinąć w podwójną gilzę z bezpopiołowej bibuły do sączenia i tuż przed spaleniem rozgnieść pęsetą. W przypadku substancji nielotnych można przygotować próbkę w następujący sposób: wycinek bibuły wg rys. 3 zwinąć w gilzę i zawiesić na cienkim drucie w górnej części



Rys. 2

6051-02-2

szalki wagi. Po zważeniu zdjąć z wagi pęsetą i umieścić w gilzie 2 ÷ 3 krople badanej substancji uważając, aby nie zwilżyć lontu. Po ponownym zważeniu gilzę umieścić pęsetą w spirali drutu platynowego zgodnie z 2.5.2.

**2.5.4. Wykonanie spalania próbki.** Do kolby stożkowej wg 2.2 a) dodać 15 ml kwasu azotowego, wprowadzić wąż gumowy od butli z tlenem i wpuszczać tlen przez kilkanaście sekund, po czym kolbę zakryć szkiełkiem zegarkowym, przytrzymując je palcem lewej ręki. Prawą ręką ująć korek z umieszczoną na drucie odważką, zapalić lont od płomienia palnika i natychmiast po zsunięciu szkiełka włożyć korek do przechylonej kolby. Kolbę przechylić tak, aby kwas azotowy uszczelnił szyjkę (rys. 4). Korek przytrzymać, aby spaliny nie wypchnęły go i czekać spokojnie kilka sekund, aż gilza spali się całkowicie. Po spalaniu wstrząsać przez 10 min kolbę odwróconą do góry dnem, a następnie pozostawić ją przymocowaną łapą do statywu, do góry dnem, na co najmniej 2 godz (korek jest zassany i nie wymaga przytrzymywania). Po tym czasie kolbę odwrócić do pozycji normalnej, nalać wody na kołnierzyk kolby i ostrożnie wyjąć korek, opłukując go w ten sposób.

Następnie spłukać drut i ścianki kolby wodą z tryskawki. Zawartość kolby ogrzać do wrzenia pod chłodnicą zwrotną na siatce nad palnikiem, utrzymywać w tej temperaturze przez 10 ÷ 15 min, oziębić, przenieść ilość do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i przeznaczyć do badania kolorymetrycznego (roztwór badany).

**2.5.5. Wykonanie pomiaru kolorymetrycznego** przeprowadzić wg 2.4.2 z tym, że do sporządzenia roztworu zamiast podanych w 2.4.2 ilości wzorcowego roztworu ortofosforanu jednopotasowego odmierzyć, zależnie od wielkości odważki i przewidywanej zawartości fosforu, 5 ÷ 25 ml roztworu badanego, aby zmierzona ekstynkcja mieściła się w granicach 0,5 ÷ 0,9. Przestrzegać stosowanie odczynnika do reakcji barwnej, przygotowanego bezpośrednio przed użyciem.

Na podstawie wyniku pomiaru ekstynkcji odczytać w miligramach z krzywej wzorcowej wg 2.4.2 zawartość fosforu w roztworze.

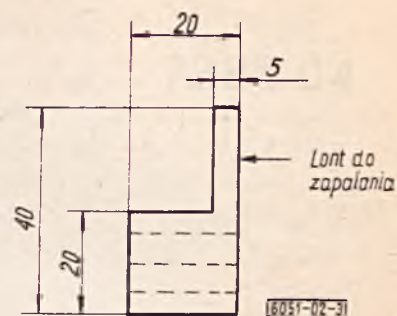
**2.5.6. Obliczanie wyników.** Zawartość fosforu X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 10\,000}{V \cdot G}$$

w którym:

- a - zawartość fosforu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- 10 000 - współczynnik przeliczeniowy,
- V - objętość roztworu badanego pobrana do przygotowania roztworu do pomiaru kolorymetrycznego wg 2.5.5, ml,
- G - odważka próbki do spalania, mg.

**2.5.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech spalań, przy czym różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,5%.



Rys. 3



Rys. 4

BG PW

**BN. 003773**



40000000342128