

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69 6191-91
	Odczynniki Siarczan amonowy	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan amonowy o postaci bezbarwnych lub białych kryształów rozpuszczalnych w wodzie, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan amonowy ma:

- a) wzór chemiczny $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$,
- b) masę cząsteczkową 132,14 (1961 r.).

1.2. Normy i dokumenty związane

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

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

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

PN-68/C-04513 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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, t. 1, s. 75.

i głównego składnika różnią się trzy gatunki siarczanu amonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu amonowego chemicznie czystego:

SIARCZAN AMONOWY ch. cz. BN-69/6191-91

3. WYMAGANIA

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch. cz.	cz. d. a.	cz.
a) Siarczanu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, %, nie mniej niż	99,0	98,5	97,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
c) Pozostałość po prażeniu, %, nie więcej niż	0,005	0,02	0,06
d) Wolnych kwasów (w prze-lczeniu na H_2SO_4), %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,05
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0003	0,001	0,002
f) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
g) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
h) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
i) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,001
j) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,001

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Siarczan amonowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 31 grudnia 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie obrotu od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 9/1970 poz. 81)

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanymi korkami, słoiki z nakrętkami z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub tekturową i pergaminową albo torebki polietylenowe.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 g oraz 45 kg dla produktu cz.

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

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek

Przy pobieraniu próbek odczynnika ch.c. i cz.d.a. należy stosować normę PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz., należy stosować wytyczne PN-67/C-04500 przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczba próbek jednostkowych - wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej 300 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych sztuk
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości siarczanu amonowego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- Fenoloftaleina - wskaźnik, 1-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-76/C-06501.
- Czerwień metylowa - wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-76/C-06501.
- Formalina cz.d.a., roztwór 15÷20-procentowy, uprzednio zubożony roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika do pojawienia się różowego zabarwienia, nie znikającego w ciągu 20 s, obserwowanego na tle mlecznego szkła.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,0000 g badanego siarczanu umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm³, rozpuścić w 100 cm³ wody, wymieszać i dopełnić objętość roztworu wodą do kreski.

Następnie pobrać pipetą 50 cm³ roztworu, przenieść do kolby stożkowej, w razie konieczności zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej, dodać 20 cm³ roztworu formaliny i pozostawić roztwór na 5 min w spokoju, po czym roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do pojawienia się różowego zabarwienia.

Zawartość siarczanu amonowego (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0066 \cdot 10 \cdot 1000}{m} = \frac{V \cdot 6,60}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m - odważka badanego siarczanu amonowego, g,

0,0066 - ilość siarczanu amonowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 200 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³.

Kolbę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 1 h na łaźni wodnej.

Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 50 cm³ gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105 ± 2°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym: a - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu. 20,00 g badanego siarczanu amonowego odważonego w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu platynowym ogrzewać ostrożnie na łaźni piaskowej, a następnie wyprażyć w temperaturze 500 ± 550°C w piecu elektrycznym do stałej masy.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.c. - 1 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. - 4 mg,
- dla odczynnika cz. - 12 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu (w przeliczeniu na H₂SO₄)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,02N.

b) Czerwień metylowa – wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy, przygotowany wg PN-76/C-06501.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 50 cm³ świeżo przegotowanej i ostudzonej wody i dodać 2 krople roztworu czerwieni metylowej.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe czerwone zabarwienie roztworu przejdzie w żółte po dodaniu:

dla odczynnika ch. cz. – 0,5 cm³,

dla odczynnika cz. d. a. – 1 cm³,

dla odczynnika cz. – 5 cm³

0,02N roztworu wodorotlenku sodowego. 1 cm³ ściśle

0,02N roztworu wodorotlenku sodowego odpowiada

0,000985 g kwasu siarkowego.

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻). 8,00 g badanego siarczanu amonowego dla odczynnika ch. cz. i cz. d. a. oraz 4,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 40 cm³ wody, w razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek uprzednio wmyty gorącą wodą od jonów Cl⁻.

Następnie pobrać 20 cm³ roztworu cz. i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 sposobem A.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 20 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch. cz. – 0,012 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. d. a. – 0,04 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. – 0,04 mg Cl⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃⁻). 2,00 g badanego siarczanu amonowego dla odczynnika ch. cz. 1,00 g dla odczynnika cz. d. a. i 0,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ w 10 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04509 p. 2.5.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie silniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch. cz. – 0,02 mg NO₃⁻,

dla odczynnika cz. d. a. – 0,02 mg NO₃⁻,

dla odczynnika cz. – 0,025 mg NO₃⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻). 2,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 15 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04503 p. 2.3 (metodą żółceni molibdenowej).

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch. cz. – 0,01 mg PO₄³⁻,

dla odczynnika cz. d. a. – 0,02 mg PO₄³⁻,

dla odczynnika cz. – 0,04 mg PO₄³⁻

i te same ilości odczynników.

5.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy cz. d. a. lodowaty.

b) Woda siarkowodorowa przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.40.

c) Roztwór wzorcowy zawierający Pb²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.36 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 40 cm³ wody i roztwór podzielić na dwie następujące części:

30 cm³ – roztwór A,

10 cm³ – roztwór B.

Do roztworu A dodać 1 cm³ kwasu octowego, dopełnić objętość roztworu wodą do 40 cm³ i dodać 10 cm³ wody siarkowodorowej.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości roztwór B oraz

dla odczynnika ch. cz. – 0,01 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz. d. a. – 0,02 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz. – 0,04 mg Pb²⁺

i te same ilości odczynników.

5.2.9. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz. d. a., roztwór 25-procentowy.

b) Kwas askorbinowy cz. d. a., roztwór 5-procentowy.

Roztwór należy chronić przed działaniem światła, powietrza i ciepła. Roztwór jest trwały najwyżej w ciągu 2 tygodni.

c) 2,2-Dwupirydyli cz. d. a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 2,5 g 2,2'-dwupirydyli rozpuścić w 25 cm³ alkoholu etylowego i rozcieńczyć wodą do 500 cm³.

d) Amoniak cz. d. a., roztwór 10-procentowy.

e) Kwas azotowy cz. d. a., roztwór 25-procentowy.

f) Roztwór wzorcowy żelaza (Fe³⁺) przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe³⁺.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu amonowego ogrzać w parownicy, dodać 2 cm³ roztworu kwasu solnego, 1 cm³ roztworu kwasu azotowego i odparować do sucha. Pozostałość zmyć 1 cm³ kwasu azotowego i 10 cm³ wody, przenieść do probówki, dodać 5 cm³ kwasu askorbinowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydylu, doprowadzić pH roztworu amoniakiem do 3,5 i dopełnić objętość roztworu wodą do 50 cm³.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch. cz. - 0,004 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. d. a. - 0,01 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Fe³⁺

i te same ilości odczynników.

5.2.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As³⁺)

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

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

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

5.2.10.4. Wykonanie oznaczania 1,00 g badanego siarczanu amonowego dla odczynnika ch. cz. i cz. d. a. lub 0,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511 p. 2.6. W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika ch. cz. - 0,002 mg As³⁺,

dla odczynnika cz. d. a. - 0,005 mg As³⁺,

dla odczynnika cz. - 0,005 mg As³⁺

i te same ilości odczynników.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu wg Farmakopei Polskiej IV, t. 1, s. 75 (metoda II).

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80276

a) zaostrzono wymagania jakościowe dostosowując je do Zalecenia Normalizacyjnego,

b) dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego.

Dotychczas obowiązująca PN/C-80276 zostaje unieważniona z dniem 30 czerwca 1970 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1459-68 Реактивы. Аммоний серноокислый.

3. Odpowiedniki w normach zagranicznych

CSRS ČSN 652242-65 Siran amonny

NRD TGL 8498-62 Ammoniumsulfat

WRL MSZ 10983-58 Ammoniumsulfat młtragya

ZSRR ГОСТ 9097-67 Реактивы. Аммоний серноокислый

4. Symbol wg SWW dla gatunku:

ch. cz. 1331 - 435

cz. d. a. 1331 - 111

cz. 1331 - 425

5. Uwagi do wydania II

a) uaktualniono normy i dokumenty związane,

b) wprowadzono zmiany w p. 5.1 i 5.2.10,

c) poprawiono oczywiste błędy.