

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-156
	Siarczan żelazowo-amonowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan żelazowo-amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan żelazowo-amonowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową — 482,195 (1972).

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń w normie ustalono trzy gatunki siarczanu żelazowo-amonowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu żelazowo-amonowego chemicznie czystego:

SIARCZAN ŻELAZOWO-AMONOWY ch.cz.
BN-78/6191-156

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan żelazowo-amonowy powinien mieć postać jasnofioletowych (barwy ametystu) przezroczystych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość siarczanu żelazowo-amonowego $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, %	99 ÷ 101	98 ÷ 101	96
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,010	0,015
c) pH 5-procentowego roztworu, nie mniej niż	1,3	1,3	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,0010	0,0050
e) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,005	0,03	0,05
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,003	0,006	nie normalizuje się
g) Żelaza (Fe^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
h) Manganu (Mn^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01	nie normalizuje się
i) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,010
j) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,010
k) Metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,025	0,050	0,200

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)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan żelazowo-amonowy 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 tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 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 niż wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaj badań

- oznaczanie procentowej zawartości $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości manganu (3.2h),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2i),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2j),
- oznaczanie metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych jako siarczany (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500 przyjmując:

- wielkość partii 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 ÷ 100	9
powyżej 100	10

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

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej: 350 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu żelazowo-amonowego ($\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., 0,1N roztwór.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,5000 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego umieścić w kolbie stożkowej ze szlifem, pojemności 250 cm³, rozpuścić w 80 cm³ wody i 10 cm³ roztworu kwasu solnego, dodać 15 cm³ roztworu jodku potasowego, wymieszać i odstawić w ciemne miejsce. Po upływie 10 min miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do odbarwienia roztworu, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość siarczanu żelazowo-amonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,04822 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego siarczanu żelazowo-amonowego, g,

0,04822 — ilość siarczanu żelazowo-amonowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w 200 cm³ wody, następnie dodać 2 cm³ kwasu solnego (1,12). Roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G wysuszony uprzednio do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C.

Pozostałość w tyglu przemyć 100 cm³ wody i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

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

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

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym: a — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu.

5,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w 95 cm³ wody nie zawierającej dwutlenku węgla i wykonać oznaczenie elektrometrycznie.

Badany siarczan żelazowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu nie będzie niższe niż 1,3 dla gatunku ch.cz. i cz.d.a.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwory 10-procentowy i 0,5-procentowy.

b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwory 25-procentowy i 1-procentowy.

c) p-Nitrofenol, 0,2-procentowy roztwór.

d) Azotan srebra cz.d.a., 0,1N roztwór.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl⁻ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl⁻.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, rozpuścić w 30 cm³ wody, ogrzać do wrzenia i dodawać kroplami 10 cm³ 10-procentowego roztworu amoniaku. Gorącą mieszaninę przesączyć przez sączek przemyty uprzednio 1-procentowym roztworem kwasu azotowego. Zlewkę i osad na sączku przemyć 0,5-procentowym roztworem amoniaku, dwiema porcjami po 5 cm³ i dołączyć do przesączu, do którego należy dodać kroplę roztworu p-nitrofenolu, zobojętnić 25-procentowym roztworem kwasu azotowego (około 0,5 cm³), oziębnić i dopełnić wodą do objętości 60 cm³. Do 40 cm³ (2 g) otrzymanego roztworu dodać 2 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu azotanu srebra i odstawić w ciemne miejsce.

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

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,10 mg Cl⁻

oraz 2 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu azotowego i 1 cm³ roztworu azotanu srebra.

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04509 oraz amoniak cz.d.a., roztwory 10-procentowy i 5-procentowy.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w 10 cm³ wody, ogrzać do wrzenia i dodawać

kroplami, przy ciągłym mieszaniu, 2 cm³ 10-procentowego roztworu amoniaku. Gorący roztwór przesączyć przez sączek uprzednio przemyty gorącą wodą. Osad na sączku przemyć trzykrotnie 0,5-procentowym roztworem amoniaku, porcjami 3 ÷ 5 cm³. Przesącz i wody z przemycia dopełnić wodą do objętości 50 cm³.

5 cm³ otrzymanego roztworu (0,05 g) przenieść do kolby pojemności 50 cm³. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04509.

Badany siarczan żelazowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 5 min niebieskie zabarwienie roztworu badanego nie będzie słabsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,0025 mg NO₃⁻,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg NO₃⁻,

dla odczynnika cz. — 0,025 mg NO₃⁻.

5.3.6. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Molibdenian amonowy cz.d.a., 2,5-procentowy roztwór w 6N roztworze kwasu siarkowego, przygotowany w następujący sposób: 25,00 g molibdenianu amonowego rozpuścić w 700 cm³ wody, do roztworu ostrożnie dodać 170 cm³ stężonego kwasu siarkowego i dopełnić wodą do objętości 1 dm³.

b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) i 4N roztwór.

c) Siarczyn sodowy bezwodny cz.d.a., 20-procentowy roztwór (roztwór jest trwały w ciągu dwóch tygodni).

d) Alkohol n-butylový cz.d.a.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony PO₄³⁻ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg PO₄³⁻.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w 30 cm³ wody, dodać 2 cm³ 4N roztworu kwasu siarkowego, 4 cm³ roztworu siarczynu sodowego ogrzać do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 1 min. Roztwór powinien pozostać bezbarwny; jeżeli powstanie zielony odcień, dodać jeszcze trochę siarczynu sodowego i ogrzać, natomiast gdy powstanie żółty odcień, dodać kilka kropli 4N roztworu kwasu siarkowego.

Do gorącego badanego roztworu dodać, przy ciągłym mieszaniu, 8 cm³ roztworu molibdenianu amonowego i odstawić na 15 min. Potem roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej i ekstrahować 10 cm³ alkoholu n-butylového w rozdzielniku. Ekstrakcję powtórzyć jeszcze raz z 5 cm³

alkoholu *n*-butylowego. Ekstrakty zebrać do kolby pojemności 25 cm³.

Badany siarczan żelazowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego alkoholowego ekstraktu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie alkoholowego ekstraktu otrzymanego z roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg PO₄³⁻,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,030 mg PO₄³⁻

oraz 0,5 badanego siarczanu żelazowo-amonowego i te same ilości odczynników.

5.3.7. Oznaczania zawartości żelaza (Fe²⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Nadmanganian potasowy cz.d.a., 0,02N roztwór świeżo przygotowany.

b) Kwas fosforowy cz.d.a.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 150 cm³ kwasu fosforowego i mieszać do całkowitego rozpuszczenia się substancji. Roztwór miareczkować z mikrobiurety roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia bladoróżowego zabarwienia utrzymującego się w ciągu 30 s.

Równocześnie zmiareczkować roztwór kontrolny zawierający te same ilości wody i kwasu fosforowego.

Zawartość żelaza (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00112 \cdot 100}{m_1} \quad (3)$$

w którym:

V₁ — objętość ściśle 0,02N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania próbki badanej, cm³,

V₂ — objętość ściśle 0,02N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania próbki kontrolnej, cm³,

m₁ — odważka badanego siarczanu żelazowo-amonowego, g,

0,00112 — ilość żelaza odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,02N roztworu nadmanganianu potasowego, g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości manganu (Mn²⁺)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Nadsiarczan amonowy cz.d.a.

b) Kwas azotowy cz.d.a.

c) Kwas fosforowy cz.d.a.

d) Azotan srebra cz.d.a., 0,1N roztwór.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Mn²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony

wodą w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mn²⁺.

f) Mieszanina kwasów, przygotowana w następujący sposób: 100 cm³ kwasu azotowego i 70 cm³ kwasu fosforowego wlać, ciągle mieszając, do 830 cm³ wody. Mieszaninę ogrzać do wrzenia, utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 10 min, następnie oziębć.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³ w 30 ÷ 40 cm³ wody, dodać 5 cm³ mieszaniny kwasów i dopełnić wodą do kreski.

Do 4 cm³ otrzymanego roztworu (0,08 g) dodać 15 cm³ mieszaniny kwasów, 0,2 g nadsiarczanu amonowego, 0,1 cm³ roztworu azotanu srebra, ogrzewać w ciągu 10 min na wrzącej łaźni wodnej i oziębć.

Badany siarczan żelazowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po tym czasie zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. — 0,004 mg Mn²⁺,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,008 mg Mn²⁺.

5.3.9. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu²⁺)

5.3.9.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04538, p. 2.3.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04538, p. 2.4.

5.3.9.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej — wg PN-68/C-04538, p. 2.5.1.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu żelazowo-amonowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego i dopełnić wodą do kreski.

Do 10 cm³ (0,1 g) otrzymanego roztworu dodać 10 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 2 min (roztwór powinien odbarwić się). Roztwór oziębć, przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04538, p. 2.5.3.

Po zmierzeniu absorbancji roztworu, posługując się krzywą wzorcową, obliczyć zawartość miedzi w badanym roztworze.

Przy wizualnym zakończeniu oznaczania badany siarczan żelazowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 5 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,002 mg Cu²⁺,

dla odczynnika cz.d.a — 0,005 mg Cu^{2+} ,
 dla odczynnika cz. — 0,010 mg Cu^{2+}
 i te same ilości odczynników.

5.3.10. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.10.1. Aparatura

- a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.
- c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- b) Kwas azotowy cz.d.a., 0,001N roztwór.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} przygotowany w następujący sposób: rozpuścić w 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) w 10 cm^3 roztworu kwasu azotowego (1,15), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Otrzymany roztwór rozcieńczyć w stosunku 1:99 0,001N roztworem kwasu azotowego. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Zn^{2+} .

5.3.10.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 wprowadzić kolejno: 2, 4, 6, 8 oraz 10 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku i uzupełnić objętość roztworów 0,001N roztworem kwasu azotowego do kreski. Otrzymane roztwory zawierają kolejno g/cm^3 Zn^{2+} : $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$. Postępując zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru absorpcji atomowej wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe. Zmierzyć absorpcję roztworów dla odpowiednich stężeń cynku i z otrzymanych pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorpcji od stężenia cynku. Przy pracy na spektrofotometrze absorpcji atomowej Pye Unicam SP90A ustalić następujące warunki pomiaru:

- | | |
|-----------------------|--------------|
| przepływ powietrza | — 5 l/min, |
| przepływ acetylenu | — 1,1 l/min, |
| długość fali | — 213,9 mm, |
| szerokość szczeliny | — 0,10 mm, |
| natężenie prądu lampy | — 8 mA, |
| wysokość palnika | — 8 mm, |

wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową ustalić na optymalne warunki zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczynu żelazowo-amonowego rozpuścić w wodzie i uzupełnić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 .

Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych, jak przy otrzymaniu krzywej wzorcowej i odczytać absorpcję. W przypadku uzyskania absorpcji powyżej krzywej wzorcowej należy badany roztwór odpowiednio rozcieńczyć.

Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość cynku w badanym siarczynie żelazowo-amonowym (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{c \cdot V_3 \cdot 100}{m_2} \quad (4)$$

w którym:

- c — stężenie cynku w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm^3 ,
- V_3 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm^3 ,
- m_2 — odważka badanego siarczynu żelazowo-amonowego, g.

5.3.11. Oznaczanie zawartości soli metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., 10-procentowy roztwór nie zawierający dwutlenku węgla.
- b) Siarczek amonowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór nie zawierający dwutlenku węgla.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego siarczynu żelazowo-amonowego rozpuścić w 100 cm^3 wody. Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać roztworu amoniaku do całkowitego strącenia osadu. Po oziębieniu dodać 0,5 cm^3 roztworu siarczku amonowego, dopełnić wodą do objętości 200 cm^3 i po odstaniu osadu odsączyć. 100 cm^3 (5,00 g) przesącza odparować do sucha na łaźni wodnej, wysuszyć w suszarce i przepażyć do całkowitego usunięcia soli amonowych. Do pozostałości dodać trzykrotnie 3 cm^3 wody i odparować za każdym razem do sucha na łaźni wodnej. Następnie dodać 20 cm^3 gorącej wody i roztwór przesączyć do zważonej parownicy.

Przesącz odparować do sucha i pozostałość wyprażyć ostrożnie w temperaturze $600 \div 700^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość soli metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_3} \quad (5)$$

w którym:

- a_1 — masa wyprażonej pozostałości, g,
- m_3 — odważka badanej substancji, g.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80037

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) wprowadzono oznaczania: pH 5-procentowego roztworu, azotanów, fosforanów i manganu w gatunkach ch.cz. i cz.d.a.,
- c) zmieniono metody badań zawartości siarczanu żelazowo-amonowego, chlorków, żelaza, miedzi i cynku,
- d) dostosowano wymagania i metody badań do zalecenia RWPG PC 4274-73.

Dotychczas obowiązująca PN/C-80037 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1979 r.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości miedzi

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

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 normalizacyjnego RWPG PC 1277-73 Реактивы. Квасцы железо-аммонийные (железо III амоний серно-кислый)

5. Symbol wg SWW

ch.cz. 1331-43,

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.