

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki Nadsiarczan amonowy	6191-14
		Zamiast BN-64/6191-14
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest nadsiarczan amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Nadsiarczan amonowy ma:

- a) wzór chemiczny $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
b) masę cząsteczkową 228,20 (1961 r.).

1.2. Normy związane

- PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne wykonania badań
PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem
PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną
PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń i podstawowego składnika rozróżnia się trzy gatunki nadsiarczanu amonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia nadsiarczanu amonowego chemicznie czystego:

NADSIARCZAN AMONOWY ch.cz. BN-69/6191-14

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Nadsiarczan amonowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub białego drobno krystalicznego proszku rozpuszczalnego w wodzie. W wilgotnym powietrzu powoli rozkłada się.

da się. Dla gatunku czystego produkowanego dla potrzeb krajowych dopuszcza się odcień seledynowy.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Nadsiarczanu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, %, nie mniej niż	98	98	90
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
c) Pozostałości po prażeniu, %, nie więcej niż	0,05	0,05	0,1
d) Chlorków i chloranów (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,005
e) Metali ciężkich grupy siarkowodorowej (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,003
g) Manganu (Mn), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	0,0003

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Nadsiarczan amonowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego z doszlifowanymi korkami, słoiki z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub tekturową i pergaminową albo słoiki polietylenowe z nakrętką.

Produkt cz. może być pakowany w worki z polichlorku winylu.

Masa opakowań netto: 250, 500, 100 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 ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

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)

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości nadsiarczanu amonowego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Siarczan żelazawo-amonowy cz.d.a. (sól Mohra), roztwór zawierający 14 g soli Mohra w mieszaninie 160 ml wody i 20 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84)

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3500 g badanego nadsiarczanu amonowego umieścić w kolbie pojemności 400 ml, dodać 25 ml roztworu soli Mohra i zamknąć kolbę korkiem gumowym zaopatrzonym w wentyl Bunsena. Kolbę z zawartością wstrząsnąć do zupełnego rozpuszczenia się nadsiarczanu amonowego, a następnie dodać 200 ml wody ogrzanej do wrzenia, oziębć i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do zmiany barwy.

Osobno miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego 25 ml roztworu soli Mohra z zachowaniem identycznych warunków jak w próbce badanej (próba kontrolna).

Zawartość nadsiarczanu amonowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,01141 \cdot 100}{m_1} = \frac{1,141 (V - V_1)}{m_1}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania 25 ml roztworu soli Mohra w próbce kontrolnej, ml,

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m_1 - odważka badanego nadsiarczanu amonowego, g,

0,01141 - ilość nadsiarczanu amonowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego nadsiarczanu amonowego rozpuścić w 200 ml wody. Roztwór ogrzewać w ciągu 1 godz na łaźni wodnej w zlewce nakrytej szkiełkiem zegarkowym, następnie przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość na tyglu przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon (NH_4^+) - próba z odczynnikiem Nesslera - i wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Badany nadsiarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.cz. - 2,5 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. - 5 mg,
- dla odczynnika cz. - 10 mg.

5.2.3. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu. 2,00 g badanego nadsiarczanu amonowego umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym z do-

kładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym pojemności 20÷30 ml, zwilżyć 2 ml wody i odparować na łaźni wodnej do sucha. Następnie pozostałość ogrzewać lekko płomieniem palnika lub na płytce elektrycznej do zaprzestania wydzielania się par, a następnie pozostałość wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze $500 \div 600^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{2}$$

w którym a - masa wyprażonej pozostałości, g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków i chloranów (Cl^-)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.
- Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy. Pozostałe odczynniki - wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadsiarczanu amonowego wymieszać w tyglu platynowym z 1 g węglanu sodowego bezwodnego, dodać 5 ml wody i odparować na łaźni wodnej do sucha. Pozostałość prażyć przez 5 min, oziębć, rozpuścić w 10 ml wody, zubożyć roztworem kwasu azotowego wobec papierka lakmusowego i ogrzewać do wrzenia do ustania wydzielania się pęcherzyków gazu (odpędzenie CO_2).

Po oziębieniu roztwór rozcieńczyć do 25 ml wodą i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposobem A.

Badany nadsiarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,005 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

Równocześnie należy wykonać ślepą próbę w celu oznaczenia zawartości chlorków w użytej do oznaczania ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich grupy siarkowodorowej (Pb^{2+})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- Kwas solny cz.d.a. (1,18 i 1,12).

Pozostałe odczynniki - wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego nadsiarczanu amonowego umieścić w tyglu porcelanowym pojemności 40 ml, zwilżyć 1 ml wody i odparować na łaźni wodnej do sucha, a następnie pozostałość przeprażyć lekko do ustania wydzielania się gazów i początku wydzielania się par ciężkich.

Do wyprażonej pozostałości dodać 0,5 ml kwasu azotowego, 1,5 ml kwasu solnego (1,18) i odparować do sucha.

Pozostałość oziębć, rozpuścić w 20 ml wody i 0,5 ml kwasu solnego (1,12), w razie potrzeby przesączyć, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, objętość roztworu dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). 20 ml roztworu A umieścić w kolbie stożkowej i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany nadsiarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,04 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+}). 1,00 g badanego nadsiarczanu amonowego rozpuścić w kolbie stożkowej w 20 ml wody i następnie wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.5.

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

dla odczynnika ch.cz. - 0,005 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. - 0,03 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości manganu (Mn)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Nadsiarczan amonowy cz.d.a.

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

c) Kwas ortofosforowy cz.d.a. stężony.

d) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

e) Azotan srebra cz.d.a. roztwór 0,1n.

f) Mieszanina kwasów przygotowana w następujący sposób: do 840 ml wody dodać, stale mieszając, 100 ml kwasu azotowego i 70 ml kwasu ortofosforowego. Mieszaninę ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 10 min i następnie oziębć.

g) Roztwór wzorcowy zawierający Mn^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.31 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mn^{2+} .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego nadsiarczanu amonowego umieścić w parownicy porcelanowej pojemności 100 ml, zwilżyć 0,5 ml roztworu węglanu sodowego, odparować do sucha na łaźni wodnej, a następnie ogrzać płomieniem palnika lub na elektrycznej płytce do usunięcia par kwasu siarkowego.

Pozostałość rozpuścić w 10 ml gorącej mieszaniny kwasów, przenieść do probówek kolorymetrycznych o średnicy 10÷12 mm z płaskim dnem, dodać 0,1 ml roztworu azotanu srebra, 1 g nadsiarczanu amonowego, ogrzewać w zlewce z gorącą wodą w ciągu 10 min, a następnie roztwór oziębć.

Badany nadsiarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli obserwowane wzdłuż osi probówki zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego sporządzonego z roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości mieszaninę kwasów oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,001 mg Mn^{2+} ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,002 mg Mn^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,006 mg Mn^{2+} ,

0,1 ml roztworu azotanu srebra i 1 g nadsiarczanu amonowego.

Równocześnie należy wykonać ślepą próbę w celu oznaczenia zawartości manganu w użytej do oznaczania ilości odczynników.

Naczynia stosowane do oznaczania zawartości manganu powinny być dokładnie wymyte wodą i parą.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6191-14

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-14

- wprowadzono gatunek "chemicznie czysty",
- podano wymagania dla produktu ch.cz., oraz zastrzeżono wymagania dla produktu cz., dostosowując je do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1129-67,
- rozszerzono asortyment opakowań, w które można pakować produkt,
- dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1129-67.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC-1129-67 Реактивы. Аммоний надсерноокислый.

3. Odpowiedniki w normach zagranicznych

CSRS ČSN 685243-54 Persiran amonny
NRD TGL 17544-62 Ammoniumpersulfat
WRL MSZ 11588-63 Ammonium-persulfat analitikaice-
lokra
ZSRR ГОСТ 3766-64 Реактивы. Аммоний надсерноокислый

4. Symbol wg SWW dla gatunku:

ch.cz. 1331-435

cz.d.a. 1331-111

cz. 1331-425