

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6191-91
	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 związane

- 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-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-68/C-04518 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-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
- 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 głównego składnika rozróżnia 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

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 przeliczeniu na $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,05
e) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,0003	0,001	0,002
f) Azotanów ( $\text{NO}_3^-$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
g) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
h) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
i) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, 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-54/C-80001.

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.

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. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 300 g.

### 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-68/C-06501.
- Czerwień metylowa - wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-68/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 sek, obserwowanego na tle mlecznego szkła.

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

Następnie pobrać pipetą 50 ml roztworu, przenieść do kolby stożkowej, w razie konieczności zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej, dodać 20 ml 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 ( $X_1$ ) 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, ml,  
 $m$  - odważka badanego siarczanu amonowego, g,  
 0,0066 - ilość siarczanu amonowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

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

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

Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemytą wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 50 ml gorącej wody i wysuszyć w temperaturze  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym  $a$  - masa wysuszonej pozostałości, g.

#### 5.2.4. 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  $500 \pm 550^\circ\text{C}$  w piecu elektrycznym do stałej masy.

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

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

#### 5.2.5. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu (w przeliczeniu na $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

##### 5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,02n.
- Czerwień metylowa - wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy, przygotowany wg PN-68/C-06501.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczenia. 10,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 50 ml 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 ml,  
 dla odczynnika cz.d.a. - 1 ml,  
 dla odczynnika cz. - 5 ml

0,02n roztworu wodorotlenku sodowego. 1 ml ściśle 0,02n roztworu wodorotlenku sodowego odpowiada 0,000985 g kwasu siarkowego.

5.2.6. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ ). 8,00g badanego siarczanu amonowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. oraz 4,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 40 ml wody, w razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek uprzednio wymyty gorącą wodą od jonów  $\text{Cl}^-$ .

Następnie pobrać 20 ml 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 roztworem wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,012 mg  $\text{Cl}^-$ ,  
 dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg  $\text{Cl}^-$ ,  
 dla odczynnika cz. - 0,04 mg  $\text{Cl}^-$

i te same ilości odczynników.

#### 5.2.7. Oznaczanie zawartości azotanów ( $\text{NO}_3^-$ ).

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 ml w 10 ml 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.

tworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg  $\text{NO}_2^-$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg  $\text{NO}_3^-$ ,
- dla odczynnika cz. - 0,025 mg  $\text{NO}_3^-$

i te same ilości odczynników.

#### 5.2.8. Oznaczanie zawartości fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

2,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 15 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 100 ml i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04503 p. 2.3 (metoda żółcieni 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  $\text{PO}_4^{3-}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ ,
- dla odczynnika cz. - 0,04 mg  $\text{PO}_4^{3-}$

i te same ilości odczynników.

#### 5.2.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )

##### 5.2.9.1. 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  $\text{Pb}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.36 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Pb}^{2+}$ .

5.2.9.2. Wykonanie oznaczenia. 4,00 g badanego siarczanu amonowego rozpuścić w 40 ml wody i roztwór podzielić na dwie następujące części:

- 30 ml - roztwór A,
- 10 ml - roztwór B.

Do roztworu A dodać 1 ml kwasu octowego, dopełnić objętość roztworu wodą do 40 ml i dodać 10 ml 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 cz.ch. - 0,01 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. - 0,04 mg  $\text{Pb}^{2+}$

i te same ilości odczynników.

#### 5.2.10. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

##### 5.2.10.1. 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 w ciągu najwyżej 2 tygodni.
- c) 2,2'-Dwupirydyl cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 2,5 g 2,2'-dwupirydylu rozpuścić w 25 ml alkoholu etylowego i rozcieńczyć wodą do 500 ml.
- d) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- e) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- f) Roztwór wzorcowy żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ) przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .

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

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  $\text{Fe}^{3+}$ ,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,
- dla odczynnika cz. - 0,02 mg  $\text{Fe}^{3+}$

i te same ilości odczynników.

5.2.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As). 1,00 g badanego siarczanu dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 0,5 g dla odczynnika cz. umieścić w kolbie przyrządu do oznaczania arsenu, rozpuścić w 30 ml wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany siarczan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromotęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromotęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. - 0,002 mg As,
- dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg As,
- dla odczynnika cz. - 0,005 mg As

i te same ilości odczynników.

K O N I E C

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

- a) zastrzono wymagania jakościowe dostosowujące 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 Сернокислый.

3. Odpowiedniki w normach zagranicznych

CSRS ČSN 652242-65 Siran amonny

NRD TGL 8498-62 Ammoniumsulfat

WRL MSZ 10983-58 Ammoniumsulfat młtraga

ZSRR ГОСТ 9097-67 Реактивы. Аммоний сернокислый

4. Symbol wg SWW dla gatunku:

ch.cz. 1331 - 435

cz.d.a. 1331 - 111

cz. 1331 - 425

**BIBLIOTEKA GŁÓWNA**  
Politechniki Warszawskiej

**BN. 001910**



400000000338808