

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki	6191-103
	Chlorek amonowy	Grupa katalogowa X 51 <sup>1)</sup>

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest chlorek amonowy, stosowany jako odczynnik.

Chlorek amonowy ma:

- a) wzór chemiczny  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,
- b) masę cząsteczkową 53,50 (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-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW dla chlorku amonowego:

ch.cz.	1331-435,
cz.d.a.	1331-111,
cz.	1331-425.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki chlorku amonowego o oznaczeniach:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** chlorku amonowego chemicznie czystego:

CHLOREK AMONOWY ch.cz. BN-71/6191-103

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Chlorek amonowy powinien mieć postać proszku krystalicznego barwy białej, rozpuszczalnego w wodzie.

### 3.2. Wymagania fizyko-chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Chlorku amonowego ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), % , nie mniej niż	99,5	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,02
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,005	0,02	0,05
d) Wolnego kwasu solnego, %, nie więcej niż	0,007	0,007	0,015
e) Azotanów ( $\text{NO}_3^-$ ), %, nie więcej niż	0,0006	0,0006	0,003
f) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,002	0,01
g) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), %, nie więcej niż	0,0003	0,001	0,002
h) Chloranów ( $\text{ClO}_3^-$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,002

Zgłoszona przez Krakowskie Zakłady Sodowe

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego dnia 17 grudnia 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 sierpnia 1972 r.

(Mon. Pol. nr 12/1972 poz. 86)

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
i) Jodków (J <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,005
j) Rodanków (SCN <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
k) Żelaza (Fe <sup>3+</sup> ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
l) Wapnia (Ca <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,004
m) Magnezu (Mg <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,001	0,0015	0,0025
n) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00001	0,00005	0,0001
o) Metali ciężkich jako Pb <sup>2+</sup> , %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,002
p) Substancji organicznych	wg 5.16.2		

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chlorek amonowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 w słoikach ze szkła oranżowego, zamykanych nakrętkami z tworzywa sztucznego i z podkładką polietylenową lub tekturową i pergaminową. Masa netto powinna wynosić 250 g, 500 g i 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowanie i o wymiarach zgodnych z systemem wymiarowym opakowań.

#### 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 700 g.

##### 5.2. Oznaczanie zawartości chlorku amonowego

###### 5.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasyczony.
- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Nitrobenzen cz.d.a.

**5.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,1500 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody, zakwasić 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, dodać 5 cm<sup>3</sup> nitrobenzenu i 50 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra. Po dokładnym wymieszaniu do roztworu bada-

nego dodać 2 cm<sup>3</sup> ałunu żelazowo-amonowego i odmiareczkować nadmiar azotanu srebra roztworem rodanku amonowego.

Zawartość chlorku amonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00535 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V_1$  — objętość ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  — objętość ściśle 0,1n roztworu rodanku amonowego, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odważka badanego chlorku amonowego, g,

0,00535 — ilość chlorku amonowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu azotanu srebra, g.

**5.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 300 cm<sup>3</sup> wody i dalej postępować wg PN-54/C-04517.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości wynosi nie więcej niż:

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

**5.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany).** 20,00 g badanego chlorku amonowego umieszczać częściami w uprzednio doprowadzonej do stałej masy parownicze platynowej lub porcelanowej i ogrzewać do odpędzenia głównej masy produktu. Do pozostałości dodać 0,5 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego (1,84) i ostrożnie ogrzewać do całkowitego odpędzenia par kwasu siarkowego. Pozostałość wyprażyć w temperaturze około 800°C do stałej masy.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości wynosi nie więcej niż:

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

Pozostałość zachować do oznaczania zawartości wapnia i magnezu wg 5.13. i 5.14.

##### 5.5. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu solnego

###### 5.5.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n,
- Czerwień metylowa, 0,2-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-68/C-65001 p. 2.2.11.

**5.5.2. Wykonanie oznaczenia.** 5,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej świeżo wygotowanej i oziębionej, dodać 1 kroplę roztworu czerwieni metylowej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego z mikrobiurety.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego nie więcej niż:

- 0,1 cm<sup>3</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,1 cm<sup>3</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,2 cm<sup>3</sup> dla odczynnika cz.

## 5.6. Oznaczanie zawartości azotanów

**5.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04509.

**5.6.2. Wykonanie oznaczenia.** 4,00 g badanego chlorku amonowego ch.cz. i cz.d.a. i 1,00 g cz. rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody i dalej postępować wg PN-68/C-04509.

Do roztworu porównawczego dodać:

- 0,025 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,025 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,33 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dla odczynnika cz.

## 5.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

**5.7.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519 oraz:

- a) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.
- b) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

**5.7.2. Wykonanie oznaczenia.** 3,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w parownicy porcelanowej w 5 cm<sup>3</sup> wody. Do roztworu dodać 0,2 g bezwodnego węglanu sodowego i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość ogrzewać w piecu do całkowitego odpędzenia chlorku amonowego. Po oziębieniu pozostałość rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, zobojętnić kwasem solnym wobec papierka lakmusowego i dalej postępować wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3, sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać 0,2 g bezwodnego węglanu sodowego oraz:

- 0,06 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,06 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,30 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dla odczynnika cz.

## 5.8. Oznaczanie zawartości fosforanów

**5.8.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

**5.8.2. Wykonanie oznaczenia.** 4,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 50 cm<sup>3</sup> i dalej postępować wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Do roztworów porównawczych dodać:

- 0,012 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,04 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,08 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dla odczynnika cz.

## 5.9. Oznaczanie zawartości chloranów

### 5.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- b) Roztwór jodo-cynko-skrobiowy przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.19.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony ClO<sub>3</sub><sup>-</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg ClO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

**5.9.2. Wykonanie oznaczenia.** 3,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 1 cm<sup>3</sup> roztworu jodo-cynko-skrobiowego.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie po 1 godz nie będzie silniejsze niż zabarwienie powstałe w tym samym czasie w roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- 0,015 mg ClO<sub>3</sub><sup>-</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,015 mg ClO<sub>3</sub><sup>-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,060 mg ClO<sub>3</sub><sup>-</sup> dla odczynnika cz.

## 5.10. Oznaczanie zawartości jodków

### 5.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.
- b) Azotyn sodowy cz.d.a, roztwór 1-procentowy.
- c) Chloroform cz.d.a.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony J<sup>-</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg J<sup>-</sup>.

**5.10.2. Wykonanie oznaczenia.** 2,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, zakwasić 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, po czym dodać 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu azotynu sodowego, 2 cm<sup>3</sup> chloroformu i dobrze wytrząsnąć.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy chloroformowej powstałe po 10 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- 0,02 mg J<sup>-</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,02 mg J<sup>-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,10 mg J<sup>-</sup> dla odczynnika cz.

## 5.11. Oznaczanie zawartości rodanków

### 5.11.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór nasycony na zimno.
- Chlorek sodowy cz.d.a.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{SCN}^-$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{SCN}^-$ .

**5.11.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 20  $\text{cm}^3$  wody, dodać 0,5  $\text{cm}^3$  kwasu siarkowego i 0,5  $\text{cm}^3$  roztworu ałunu żelazowo-amonowego.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1 g chlorku sodowego, 0,5  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu siarkowego, 0,5  $\text{cm}^3$  roztworu ałunu żelazowo-amonowego oraz:

- 0,03 mg  $\text{SCN}^-$  dla odczynnika ch.cz.,
- 0,05 mg  $\text{SCN}^-$  dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,10 mg  $\text{SCN}^-$  dla odczynnika cz.

## 5.12. Oznaczanie zawartości żelaza

**5.12.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

**5.12.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 15  $\text{cm}^3$  wody, dodać 1  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego i 2  $\text{cm}^3$  roztworu rodanku amonowego.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie silniejsze niż zabarwienie w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

## 5.13. Oznaczanie zawartości wapnia

### 5.13.1. Odczynniki i roztwory

- Papierek lakmusowy.
- Kwas solny, roztwór 25-procentowy.
- Mureksyd, roztwór 0,05-procentowy (trwałość roztworu 2 doby).
- Wodorotlenek sodu, roztwór 1n.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Ca}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Ca}^{2+}$ .

**5.13.2. Wykonanie oznaczania.** Pozostałość otrzymaną w 5.4 rozpuścić w 1  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego i 10  $\text{cm}^3$  wody. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200  $\text{cm}^3$ , dopełnić wodą destylowaną do kreski i dobrze wymieszać (roztwór A). Roztwór zachować do oznaczania magnezu.

5  $\text{cm}^3$  roztworu A zawierającego 0,5 g badanego chlorku amonowego przenieść do zlewki z bezbarwnego szkła, zneutralizować roztworem wodorotlenku sodowego w obecności papierka lakmusowego, dodać 2  $\text{cm}^3$  nadmiaru roztworu wodorotlenku sodowego, wymieszać (pH roztworu powinno wynosić około 12), następnie dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu mureksydu i ponownie wymieszać. Obserwowane w czasie 1 ÷ 2 min w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła różowo-fioletowe zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- 0,005 mg  $\text{Ca}^{2+}$  dla odczynnika ch.cz.,
- 0,005 mg  $\text{Ca}^{2+}$  dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,02 mg  $\text{Ca}^{2+}$  dla odczynnika cz.

Zabarwienie roztworów utrzymuje się w ciągu 10 min.

Metoda oznaczania wapnia mureksydem jest metodą arbitrażową.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości wapnia ze szczawianem amonowym.

## 5.14. Oznaczanie zawartości magnezu

### 5.14.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 27-procentowy.
- Żółcień tytanowa wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Mg}^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990.

1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Mg}^{2+}$ .

**5.14.2. Wykonanie oznaczania.** Do 5  $\text{cm}^3$  roztworu otrzymanego wg 5.13.2 zawierającego 0,5 g chlorku amonowego, dodać 5  $\text{cm}^3$  wody, 1  $\text{cm}^3$  roztworu wodorotlenku sodowego i 0,2  $\text{cm}^3$  roztworu żółcieni tytanowej.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- 0,005 mg  $\text{Mg}^{2+}$  dla odczynnika ch.cz.,
- 0,0074 mg  $\text{Mg}^{2+}$  dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,0125 mg  $\text{Mg}^{2+}$  dla odczynnika cz.

**5.15. Oznaczanie zawartości arsenu.** 10,00 g badanego chlorku amonowego ch.cz. i 5,00 g badanego chlorku amonowego cz.d.a i cz. rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody i dalej postępować wg PN-68/C-04511.

Do roztworów porównawczych dodać:

0,001 mg As dla odczynnika ch.cz.,  
0,0025 mg As dla odczynnika cz.d.a.,  
0,005 mg As dla odczynnika cz.

**5.16. Oznaczanie zawartości metali ciężkich**

**5.16.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

**5.16.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody i dalej postępować wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Do roztworów porównawczych dodać:

0,01 mg Pb<sup>2+</sup> dla odczynnika ch.cz.,  
0,01 mg Pb<sup>2+</sup> dla odczynnika cz.d.a.,  
0,04 mg Pb<sup>2+</sup> dla odczynnika cz.

**5.17. Sprawdzanie zawartości substancji organicznych.** 1,00 g badanego chlorku amonowego rozpuścić w 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,15) w parownicy porcelanowej i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Badany chlorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymana pozostałość będzie barwy czysto białej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6191-103

**Zalecenia międzynarodowe**

RWPG PC 1739-69 Реактивы. Кислота соляная (около 35%-ная)

Dotychczas obowiązująca PN-64/C-80046 zostaje unieważniona z dniem 1 sierpnia 1972 r.