

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6191-113
	Molibdenian amonowy	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Molibdenian amonowy ma:

- a) wzór chemiczny: $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
b) masę cząsteczkową: 1235,86 (1961 r.).

1.2. Normy związane

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

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

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki molibdenianu amonowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia molibdenianu amonowego chemicznie czystego:

MOLIBDENIAN AMONOWY ch.cz. BN-73/6191-113

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Molibdenian amonowy powinien mieć postać bezbarwnych lub lekko zabarwionych na kolor zielonkawy kryształów, rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Molibdenianu amonowego $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, %	99,0 ÷ 101,0	98,5 ÷ 101,5	97,0 ÷ 102,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,01	0,03
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,005	0,01
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,02	0,05	0,1
e) Azotanów (NO_3^-), %, nie więcej niż	0,025	nie normalizuje się	
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005

¹⁾ Symbole wg SWW: ch.cz. — 1331—435; cz.d.a. — 1331—111; cz. — 1331—425.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 15 maja 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 31/1973 poz. 98)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Molibdenian 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 albo słoiki z polietylenu lub innego tworzywa sztucznego z nakrętką.

Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500, 1000, 2500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że opakowania te zabezpieczają produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i jeżeli wymiary opakowań są zgodne z zasadami stosowanego do nich systemu wymiarowego.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić co najmniej 200 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości molibdenianu amonowego
($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- Chlorowodorek hydrazyny cz.d.a.
- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05m przygotowany wg PN-68/C-04950.
- Roztwór buforowy o pH 9,5÷10, przygotowany wg PN-68/C-04950.
- Siarczan cynkowy cz.d.a., roztwór 0,05m.
- Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 3,0000 g badanego molibdenianu amonowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, dodać 0,2 cm³ roztworu amoniaku, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ dodać 1 g chlorowodoru hydrazyny, 20 cm³ wody i 10 cm³ kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia i do gotującego roztworu dodawać pipetą powoli kroplami stale mieszając 25 cm³ roztworu badanego molibdenianu amonowego (roztwór A). Zachodzi redukcja Mo⁶⁺ do Mo⁵⁺. Przez cały czas wkraplania roztworu z pipetą zawartość kolby powinna znajdować się w stanie łagodnego wrzenia.

Zabarwienie roztworu w kolbie powinno zmieniać się od bezbarwnego w fazie początkowej poprzez pomarańczowożółte do pomarańczowobrunatnego.

Jeżeli w czasie wkraplania wystąpi zabarwienie niebieskie, spowodowane utworzeniem się błękitu molibdenowego, co może nastąpić przy zbyt szybkim wkra-

planiu badanego roztworu lub wskutek obniżenia temperatury roztworu w kolbie (wrzenie ustaje), należy przerwać wkraplanie i dalej gotować roztwór, aż przybierze barwę pomarańczowobrunatną, a następnie wprowadzić resztę roztworu z pipety i gotować jeszcze przez 2 min.

Następnie do gorącego roztworu dodać 40 cm³ wersenianu dwusodowego oraz 0,2 g mieszaniny wskaźnika czerni eriochromowej T.

Następnie roztwór zobojętnić roztworem amoniaku do przejścia zabarwienia z żółtego do jasnozielonego. Dopełnić objętość roztworu wodą do 150 cm³, dodać 5 cm³ roztworu buforowego i zagotować. Zabarwienie roztworu powinno stać się intensywnie zielone. W przeciwnym przypadku należy jeszcze dodać nieco mieszaniny wskaźnika. Po oziębieniu roztworu do temperatury 40÷60°C roztwór miareczkować roztworem siarczanu cynkowego do przejścia zabarwienia z jaskrawozielonego do czerwobrunatnego od jednej kropli roztworu siarczanu cynkowego.

Zawartość molibdenianu amonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,017655 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25} =$$

$$= \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,017655 \cdot 1000}{m}$$

w którym:

- V_1 — objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, dodana do badanego roztworu, cm³,
- V_2 — objętość ściśle 0,05m roztworu siarczanu cynkowego zużyta do odmiareczkowania, cm³,
- m — odważka badanego molibdenianu amonowego, g,
- 0,017655 — ilość molibdenianu amonowego [(NH_4)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05m wersenianu dwusodowego, g.

5.2.1.3. Wynik. Należy wykonać trzy równoległe oznaczenia. Różnica między oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,3%.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 10,00 g badanego molibdenianu amonowego rozpuścić w 100 cm³ wody i 2 cm³ roztworu amoniaku cz.d.a. 10-procentowego.

Roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g tygiel szklany do sączenia G4.

Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm³ gorącej wody z dodatkiem 1 cm³ roztworu amoniaku 10-procentowego i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

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

dla odczynnika ch.cz. — 1 mg,
 dla odczynnika cz.d.a — 1 mg,
 dla odczynnika cz. — 3 mg.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p.2.3.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego molibdenianu amonowego dla preparatu ch.cz. lub 1,50 g dla preparatu cz.d.a. i cz. rozpuścić w 35 cm^3 wody. Roztwór wlać do 10 cm^3 roztworu kwasu azotowego, ciągle mieszając roztwór przez obracanie zlewki ruchem okrągłym.

Następnie do przezroczystego roztworu dodać 1 cm^3 roztworu azotanu srebra.

Badany molibdenian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 5 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. — 0,05 mg Cl^- ,
 dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^-

0,5 g badanego molibdenianu amonowego, 10 cm^3 roztworu kwasu azotowego i 1 cm^3 roztworu azotanu srebra.

5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p.2.3 oraz:

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego molibdenianu amonowego umieścić w małej parownicze porcelanowej i rozpuścić w 5 cm^3 gorącej wody i 5 cm^3 kwasu azotowego. Zawartość parowniczkę odparować na łaźni wodnej do sucha.

Do suchej pozostałości dodać 4 cm^3 roztworu kwasu solnego, 10 cm^3 wody i dokładnie wymieszać pręcikiem szklanym. Objętość roztworu dopełnić wodą do 40 cm^3 i następnie przesączyć przez twardy sączek do sączenia, przemyty uprzednio gorącą wodą.

Następnie pobrać pipetą 10 cm^3 przesącza (= 0,25 g preparatu) dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 5 cm^3 (= 0,125 g preparatu) i 0,5 cm^3 roztworu kwasu solnego dla odczynnika cz., dopełnić wodą do 25 cm^3 dodać 3 cm^3 roztworu skrobi, 3 cm^3 roztworu chlorku barowego i dokładnie wymieszać.

Badany molibdenian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 30 min zmętnienie badanego roztworu, obserwowane na ciemnym tle, nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,05 mg SO_4^{2-}
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,125 mg SO_4^{2-}
 dla odczynnika cz. — 0,125 mg SO_4^{2-}

1 cm^3 roztworu kwasu solnego, 3 cm^3 roztworu skrobi i 3 cm^3 roztworu chlorku barowego.

W razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę dotyczącą zawartości siarczanów w stosowanych do oznaczania ilościach kwasu azotowego, oznaczanych próbą kontrolną.

5.2.5. Oznaczanie zawartości azotanów (NO_3^-)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04509 p.2.3.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego molibdenianu amonowego rozpuścić w 10 cm^3 wody, dalej oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04509 p.2.5.

Badany molibdenian amonowy odpowiada wymaganiom normy dla odczynnika ch.cz., jeżeli powstałe niebieskie zabarwienie badanego roztworu jest równe lub bardziej intensywne od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,025 mg NO_3^- i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 5n.
- Alkohol izoamyłowy cz.d.a.
- Molibdenian amonowy, roztwór 10-procentowy sporządzony z badanego odczynnika.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony PO_4^{3-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg PO_4^{3-} .

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,50 g badanego molibdenianu amonowego umieścić w zlewce pojemności 100 cm^3 , dodać 50 cm^3 wody i rozpuścić, ogrzewając na łaźni wodnej. Następnie roztwór oziębic, przenieść do cylindra pojemności 100 cm^3 z dotartym korkiem, dodać 8 cm^3 kwasu siarkowego i natychmiast 10 cm^3 alkoholu izoamyłowego. Objętość cylindra wytrząsać silnie w ciągu 30 s, natychmiast dopełnić objętość roztworu wodą do 100 cm^3 i wymieszać.

Badany molibdenian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe od razu zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu badanego, obserwowane na tle mlecznego szkła, nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,025 mg PO_4^{3-} ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg PO_4^{3-} ,
 dla odczynnika cz. — 0,05 mg PO_4^{3-}

5 cm^3 roztworu molibdenianu amonowego i te same ilości roztworów kwasu siarkowego i alkoholu izoamyłowego.

Oznaczanie należy wykonywać równocześnie nie więcej niż w 4 cylindrach i powstałe zabarwienie porównywać od razu.

Po upływie 5 ÷ 10 min wypada osad bezwodnika kwasu molibdenowego.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Siarczek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego molibdenianu amonowego rozpuścić w 10 cm^3 wody, dodać

10 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego i 0,3 cm^3 roztworu siarczku sodowego.

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

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Pb^{2+} ,

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

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-113

1. Istotne zmiany do PN-55/C-80072

- wprowadzono gatunek ch.cz.,
- zaostrzono wymaganie na zawartość molibdenianu amonowego w gat. cz.d.a. i cz.,
- zanormowano zawartość azotanów w gat. ch.cz.,
- zmieniono metody oznaczania zawartości molibdenianu amonowego, siarczanów i fosforanów,

e) dostosowano wymagania i metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC-2112-69.

Dotychczas obowiązująca PN-55/C-80072 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1974 r.

Реактивы. Аммоний молибденогокислый