

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6191-117
	Siarczan glinowo-amonowy	Grupa katalogowa X 5 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Siarczan glinowo-amonowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$,
b) masę cząsteczkową: 453,33 (1967).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem
PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby oznaczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
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
PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania substancji podstawowej
PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
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/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki siarczanu glinowo-amonowego oznaczane:

¹⁾ Symbol wg SWW:
dla cz.d.a. 1331-111,
dla cz. 1331-427.

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu glinowo-amonowego czystego do analizy:

SIARCZAN GLINOWO-AMONOWY cz.d.a. BN-73/6191-117

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan glinowo-amonowy powinien mieć postać bezbarwnych niewielkich kryształów lub białego proszku, rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu glinowo-amonowego $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, %, nie mniej niż	98	96
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,01	0,004
d) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
e) Metali ciężkich strąconych siarkowodorem (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Sodu (Na^+), %, nie więcej niż	0,1	0,2
g) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan glinowo-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, torby z folii polietylenowej lub folii z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 250 g, 500 g, 1000 g, 2500 g, 5000 g.

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne” dnia 29 września 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1974 r.

(D- Norm. i Miar nr 46/1973 poz. 134)

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości siarczanu glinowo-amonowego $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$,
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-),
- oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+}),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}),
- oznaczanie zawartości sodu (Na),
- oznaczanie zawartości arsenu (As).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Ogólna masa średniej próbki pobranej powinna wynosić najmniej 300 g.

5.3. Opis badań

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

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wersenian dwusodowy roztwór 0,05m przygotowany wg PN-68/C-04950.
- Azotan cynkowy roztwór 0,05m przygotowany wg PN-68/C-06501.
- Bufor octanowy przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5000 g badanego siarczanu glinowo-amonowego rozpuścić w 70 cm^3 wody, do roztworu dodać 35 cm^3 wersenianu dwusodowego, 10 cm^3 roztworu buforowego i gotować w ciągu 5 min.

Następnie roztwór ostudzić, dodać do roztworu 0,5 cm^3 roztworu oranżu ksylenolowego i odmiareczkować nadmiar wersenianu dwusodowego roztworem azotanu cynkowego do zmiany barwy z żółtej na czerwono-cyklamienową.

Zawartość (X_1) siarczanu glinowo-amonowego $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ obliczyć, w %, według wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,022666 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V_1 - objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania, cm^3 ,
- V_2 - objętość ściśle 0,05m roztworu azotanu cynkowego, zużyta do odmiareczkowania, cm^3 ,
- 0,022666 - ilość $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g,
- m - odważka badanego siarczanu glinowo-amonowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego siarczanu glinowo-amonowego rozpuścić w 600 cm^3 wody i ogrzać na łaźni wodnej w ciągu 1 godz. Następnie roztwór przesączyć przez zważony, wysuszony do stałej masy tygiel do sączenia G4. Osad w tyglu przemyć 100 cm^3 gorącej wody i wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C.

Badany siarczan glinowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,
dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu glinowo-amonowego rozpuścić w 15 cm^3 ciepłej wody w kolbie stożkowej pojemności 50 cm^3 . W razie potrzeby roztwór przesączyć, dodać 1 cm^3 roztworu kwasu azotowego, ochłodzić, po czym dodać 1 cm^3 roztworu azotanu srebra i dopełnić wodą do 25 cm^3 .

Badany siarczan glinowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. - 0,08 mg Cl^- .

5.3.4. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu glinowo-amonowego rozpuścić w 30 cm^3 wody w cylindrze z doszlifowanym korkiem pojemności 100 cm^3 . Do roztworu dodać 3 cm^3 kwasu solnego, 1 cm^3 nadsiarczanu amonowego oraz 4 cm^3 rodanku amonowego. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 50 cm^3 , dodać 10 cm^3 alkoholu izoamylowego, całość wytrząsać przez 1 min i odstawić do rozdzielania warstw.

Badany siarczan glinowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy alkoholowej powstałe w ciągu 5 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

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

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu glinowo-amonowego rozpuścić w 30 cm^3 wody w kolbie pojemności 100 cm^3 . Dodać kwasu octowego lub octanu amonowego do pH 3 (sprawdzić pa-

pierkiem uniwersalnym), a następnie dodać 10 cm³ świeżo przygotowanej wody siarkowodorowej.

Badany siarczan glinowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Pb²⁺
dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb²⁺

5.3.6. Oznaczenie zawartości sodu (Na). 1,00 g badanego siarczanu glinowo-amonowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie, dodać 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski. W razie potrzeby należy roztwór przesączyć.

5.3.6.1. Przygotowanie roztworów wzorcowych. Do 6 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić 2 cm³ kwasu siarkowego oraz ilości sodu podane w tabl. 2 (roztwór chlorku sodu zawierający w 1 cm³ 0,5 mg Na). Objętość każdego roztworu uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Tablica 2

Nr roztworu wzorcowego	Zawartość Na w roztworze wzorcowym	Zawartość Na w badanej próbce %
1	0	0
2	0,2	0,02
3	1	0,1
4	1,5	0,15
5	2	0,2
6	2,5	0,25

5.3.6.2. Wykonanie oznaczenia - wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.7. Oznaczenie zawartości arsenu (As)

5.3.7.1. Odczynniki, roztwory i aparatura - wg PN-68/C-04511.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego siarczanu glinowo-amonowego umieścić w kolbie aparatu do oznaczenia arsenu, rozpuścić w 20 cm³ wody. Dalej oznaczać wg PN-68/C-04511.

Badany siarczan glinowo-amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,001 mg As,
dla odczynnika cz. - 0,002 mg As.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-117

1. Dotychczas obowiązujące normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-53/MPCh/BP-91.

2. Zalecenia międzynarodowe
RWPG PC 2729-70 - norma zgodna.