

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Odczynniki Octan amonowy	6193-76
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest octan amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Octan amonowy ma:

a/ wzór chemiczny - $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$,

b/ masa cząsteczkowa - 77,086.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki octanu amonowego oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia octanu amonowego do analizy:

OCTAN AMONOWY cz.d.a. BN-76/6193-76

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan amonowy powinien mieć postać bezbarwnych, higroskopijnych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a/ Octanu amonowego / $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ /, %, nie mniej niż	97 ± 100	97 ± 102
b/ pH 5-procentowego roztworu wodnego w temperaturze 20°C	6,7 ± 7,3	nie normalizuje się
c/ Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,0025	0,01
d/ Pozostałości po prażeniu /jako siarczan/, %, nie więcej niż	0,01	0,02

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e/ Chlorków / Cl^- /, %, nie więcej niż	0,0005	0,001
f/ Siarczanów / SO_4^{2-} /, %, nie więcej niż	0,001	0,005
g/ Azotanów / NO_3^- /, %, nie więcej niż	0,0015	nie normalizuje się
h/ Fosforanów / PO_4^{3-} /, %, nie więcej niż	0,0005	nie normalizuje się
i/ Żelaza / Fe^{3+} /, %, nie więcej niż	0,0005	0,001
j/ Metali ciężkich strąconych siarkowodorem / Pb^{2+} /, %, nie więcej niż	0,0005	0,001
k/ Wapnia / Ca^{2+} /, %, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
l/ Magnezu / Mg^{2+} /, %, nie więcej niż	0,0002	nie normalizuje się
m/ Glinu / Al^{3+} /, %, nie więcej niż	0,0005	nie normalizuje się
n/ Substancji redukujących nadmanganian potasowy, %, nie więcej niż	0,007	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Octan amonowy należy pakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001, rodzaj opakowania - wg p. 2.2a/ lub b/ - typ laboratoryjny.

Na etykiecie należy umieścić znak ostrzegawczy "Chronić przed wilgocią".

Masa netto:

dla cz.d.a. - 250 g, 500 g, 1 kg, 2 kg, 5 kg,

dla cz. - 500 g, 1 kg, 2 kg, 5 kg.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 14 maja 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1976 poz. 68)

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpieczono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a/ Oznaczanie zawartości podstawowego składnika /3.2a/.
- b/ Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego w temperaturze 20°C /3.2b/.
- c/ Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie /3.2c/.
- d/ Oznaczanie pozostałości po prażeniu /jako siarczany/ /3.2d/.
- e/ Oznaczanie zawartości chlorków /3.2e/.
- f/ Oznaczanie zawartości siarczanów /3.2f/.
- g/ Oznaczanie zawartości azotanów /3.2g/.
- h/ Oznaczanie zawartości fosforanów /3.2h/.
- i/ Oznaczanie zawartości żelaza /3.2i/.
- j/ Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącalnych siarkowodorem /3.2j/.
- k/ Oznaczanie zawartości wapnia /3.2k/.
- l/ Oznaczanie zawartości magnezu /3.2l/.
- m/ Oznaczanie zawartości glinu /3.2m/.
- n/ Oznaczanie substancji redukujących nadmanganian potasowy /3.2n/.

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. pobierać zgodnie z wytycznymi wg PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku "czysty" należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- a/ wielkość partii - 500 kg,
- b/ wielkość próbki pierwotnej - 200 g,
- c/ liczba próbek jednostkowych - wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 i powyżej	10

d/ wielkość próbki ogólnej - równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e/ wielkość średniej próbki laboratoryjnej - 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości octanu amonowego
/NH₄C₂H₃O₂/

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a/ Formalina cz.d.a. rozcieńczona wodą w stosunku 1+1 zneutralizowana 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.
- b/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- c/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1 N.
- d/ Fenoloftaleiny wskaźnik, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2,00 g badanego octanu amonowego rozpuścić w 20 cm³ wody w kolbie stożkowej. Do roztworu dodać 25 cm³ formaliny, uprzednio zubożonej wobec fenoloftaleiny, zostawić na 30 min i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia.

Zawartość octanu amonowego / X₁ / obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,077086 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

V₁ - objętość ściśle 1N roztworu wodorotlenku sodowego, zużytego do miareczkowania, cm³,

m₁ - odważka badanego octanu amonowego, g,

0,077086 - ilość octanu amonowego, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego octanu amonowego rozpuścić w 100 cm³ wygotowanej wody i wykonać oznaczanie na pehametrze.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 120,00 g badanego octanu amonowego dla odczynnika cz.d.a. lub 60,00 g dla odczynnika "czysty" rozpuścić w 600 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie /X₂/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

a₁ - masa wysuszonej pozostałości, g,

m₂ - odważka badanego octanu amonowego, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu /jako siarczany/. 20,00 g badanego octanu amonowego umieścić w tyglu platynowym, zważonym uprzednio z dokładnością do 0,0002 g, dodać 1 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. /1,84/ i ogrzewać na kuchence elektrycznej do odpędzenia soli amonowych i dymów kwasu siarkowego.

Pozostałość wyprażyć w temperaturze ciemnoczerwonego żaru /około 600°C/ do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu / X₃ / obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100}{20}$$

w którym: a_2 - masa pozostałości po prażeniu, g.

Pozostałość w tyglu zachować do dalszych oznaczeń wg 5.3.9, 5.3.12, 5.3.13.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków /Cl⁻/

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

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego octanu amonowego rozpuścić w 30 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-69/C-04518. Sposób A. p. 2.4.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl⁻.

5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów /SO₄²⁻/

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 oraz:

a/ Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

b/ Kwas solny cz.d.a. /1,12/.

c/ Woda utleniona cz.d.a., 30-procentowy roztwór.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego octanu amonowego dla odczynnika cz.d.a., 2,00 g dla odczynnika "czysty" rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 0,1 g węglanu sodowego bezwodnego, odparować do sucha na łaźni wodnej, po czym łagodnie ogrzewać na kuchence elektrycznej do odpędzenia soli amonowych. Pozostałość rozpuścić w 2 cm³ kwasu solnego, odparować do sucha, następnie dodać 0,5 cm³ wody utlenionej i jeszcze raz odparować do sucha.

Pozostałość po ochłodzeniu rozpuścić w 20 cm³ wody i zobojętnić wobec papierka lakmusowego. W razie potrzeby przesączyć i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.4, sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg SO₄²⁻.

5.3.7. Oznaczanie zawartości azotanów /NO₃⁻/

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

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu amonowego rozpuścić w 10 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04509 p. 2.5.

Badany octan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu będzie równe lub intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,015 mg NO₃⁻.

5.3.8. Oznaczanie zawartości fosforanów /PO₄³⁻/

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

a/ Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

b/ Odczynnik do oznaczania fosforanów przygotowany wg PN-58/C-06500 p. 2.2.24.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego octanu amonowego rozpuścić w 30 cm³ wody, dodać 0,5 g węglanu sodowego bezwodnego, 15 cm³ kwasu azotowego i odparować do sucha, na łaźni wodnej, po czym łagodnie ogrzewać na kuchence elektrycznej do odpędzenia soli amonowych.

Do pozostałości dodać 15 cm³ wody, 5 cm³ kwasu azotowego i ponownie odparować do sucha. Następnie rozpuścić w 25 cm³ wody i dalej oznaczenie wykonać wg PN-67/C-04500 p. 2.3.3.

Badany octan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same odczynniki co próbka badana oraz 0,05 mg PO₄³⁻.

5.3.9. Oznaczanie zawartości /Fe³⁺/

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.3.9.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Krzywą wzorcową sporządzić wg PN-68/C-04521 p. 2.4.3.1.

5.3.9.3. Aparatura

a/ Fotokolorometr.

b/ Kuweta o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. Roztwór A: Do tygla zawierającego pozostałość po prażeniu wg 5.3.4 dodać 5 cm³ kwasu solnego /1,12/ i ogrzać na łaźni wodnej do rozpuszczenia osadu. Roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, przemywając tygiel kilkakrotnie wodą, uzupełnić objętość wodą do kreski i dobrze wymieszać. Do 10 cm³ roztworu A /2,00 g pozostałości po wyprażeniu/ dodać 10 cm³ wody i 2 cm³ kwasu solnego /1,12/.

Dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.1. Po 30 min zmierzyć absorbancję roztworu badanego w odniesieniu do roztworu kontrolnego w kuwetach wg 5.3.9.3b/, przy długości fali 500 ± 540 nm. Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza mg/cm³.

Zawartość żelaza / X₄ / obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot 100 \cdot 100}{m_3 \cdot 1000} = \frac{a_3 \cdot 10000}{m_3 \cdot 1000} = \frac{a_3 \cdot 10}{m_3}$$

w którym:

a_3 - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm³,

m_3 - odważka badanego produktu, g.

Dopuszcza się zakończyć oznaczanie metodą wizualną.

5.3.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącających siarkowodoremi /jako Pb²⁺/

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego octanu amonowego rozpuścić w 40 cm³ wody. Do roztworu dodać 5 cm³ kwasu octowego i 10 cm³ wody siarkowodorowej.

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

dla odczynnika cz.d.a.-0,025 mg Pb²⁺,

dla odczynnika cz.-0,05 mg Pb²⁺.

5.3.11. Oznaczanie zawartości /Ca²⁺/

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04953 p. 2.4.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego octanu amonowego odpędzić na parownicę platynową do sucha, a następnie przepażyć w temperaturze 400°C.

Suchą pozostałość zadać 1 cm³ kwasu solnego 1,12 i 5 cm³ wody, lekko ogrzać do rozpuszczenia się zawartości w parownicy. Zawartość przenieść do kolby pomiarowej 50 cm³, uzupełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.12. Oznaczanie zawartości /Mg²⁺/

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

a/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 50-procentowy roztwór.

b/ Żółcień tytanowa wskaźnik 0,1-procentowy roztwór.

c/ Roztwór wzorcowy zawierający jony Mg²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Mg²⁺.

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. Do 25 cm³ /5 g pozostałości po wyprażeniu/ roztworu A wg 5.3.9 dodać 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, 0,2 cm³ - roztworu żółcień tytanowej, dobrze wymieszać i odstawić na 10 min.

Badany octan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,01 mg Mg²⁺.

5.3.13. Oznaczanie zawartości /Al³⁺/

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory

a/ Octan sodowy cz.d.a.

b/ Roztwór moryny: 1 g moryny rozpuścić w 50 cm³ alkoholu metylowego cz.d.a. i przesączyć.

c/ Roztwór wzorcowy zawierający jony Al³⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Al³⁺.

5.3.13.2. Wykonanie oznaczania. Do 10 cm³ /2 g pozostałości po wyprażeniu/ roztworu A 5.3.9 dodać 1 g octanu sodowego i 0,05 cm³ roztworu moryny, roztwór dokładnie wymieszać i odstawić na 10 min.

Badany octan amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała w badanym roztworze zielonkawożółta fluorescencja nie będzie silniejsza od fluorescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,5 cm³ kwasu solnego /1,12/ 1 g octanu sodowego, 0,05 cm³ roztworem moryny oraz 0,01 mg Al³⁺.

5.3.14. Oznaczanie substancji redukujących nadmanganianu potasowego

5.3.14.1. Odczynniki i roztwory

Kwas siarkowy cz.d.a., 15-procentowy roztwór.

Nadmanganian potasu cz.d.a., 0,01N roztwór.

Tiosiarczan sodowy cz.d.a., 0,01 N roztwór.

Skrobia cz.d.a., 1-procentowy roztwór.

Jodek potasu cz.d.a.

5.3.14.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego octanu amonu umieścić w kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem poj. 300 cm³ i rozpuścić w 75 cm³ wody. Do roztworu dodać 15 cm³ kwasu siarkowego, a następnie 5 cm³ ściśle nadmanganianu potasowego.

Roztwór ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej dokładnie przez 15 min, ochłodzić do temperatury pokojowej, dodać 2 g jodku potasowego i odstawić w ciemne miejsce na 5 min. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi.

Równolegle w tych samych warunkach należy wykonać oznaczanie substancji redukujących KMnO₄ w ślepej próbie, zawierającej te same odczynniki.

Zawartość substancji redukujących KMnO₄ w przeliczeniu na tlen obliczyć w procentach / X₄ / według wzoru

$$X_4 = \frac{V_3 - V_2}{m_4} \cdot 0,00008 \cdot 100$$

w którym:

V₃ - objętość ściśle 0,01N roztworu tiosiarczanu sodu zużyta do miareczkowania ślepej próby, cm³,

V_2 - objętość ściśle 0,01 N roztworu tiosiarczanu sodu zużyta do miareczkowania próby badanej cm^3 ,

0,00008 - ilość gramów tlenu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01 N roztworu tiosiarczanu sodu,
 m_4 - odważka badanej próbki octanu amonu, g.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-62/C-80007

a/ zmieniono metody oznaczania azotanów, fosforanów, żelaza wapnia i substancji redukujących nadmanganian potasowy,

b/ ustalono zawartość substancji redukujących nadmanganian potasowy.

Dotychczas obowiązująca PN-62/C-80007 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1977 r.

3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-69/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-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-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem

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-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-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 3956-73.