

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6193-20
	Szczawian amonowy	51
		Grupa katalogowa X52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest szczawian amonowy w postaci bezbarwnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Szczawian amonowy ma:

- a) wzór chemiczny $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
b) masę cząsteczkową 142,11 (1961 r.)

1.2. Normy związane

- PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne wykonania badań
PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
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 szczawianu amonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia szczawianu amonowego chemicznie czystego:

SZCZAWIAN AMONOWY ch.cz. BN-69/6193-20

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Szczawianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, %, nie mniej niż	99,8	99,8	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,005	0,015	0,03
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
f) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,0015
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0003	0,0005	0,001

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Szczawian 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.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, 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. Próbki 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 szczawianu amonowego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy. Kwas powinien mieć jasnoróżową barwę po dodaniu kilku kropel roztworu nadmanganianu potasowego.

b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3000 g badanego szczawianu amonowego rozpuścić w kolbie stożkowej w 30 ml przegotowanej, oziębionej wody. Do roztworu dodać 20 ml roztworu kwasu siarkowego i miareczkować (nie oziębiając) roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia trwałego różowego zabarwienia.

Zawartość szczawianu amonowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0071069 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,71069}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka badanego szczawianu amonowego, g,

0,0071069 - ilość szczawianu amonowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego szczawianu amonowego rozpuścić w 500 ml wody ogrzewając w ciągu 1 godz na łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty i wysuszony do stałej masy szklanej tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 200 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.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany). Należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-01055. 20,00 g badanego szczawianu amonowego dla odczynnika ch.cz. lub 10,00 g dla odczynnika cz.d.a. i cz. umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu platynowym, dodać 1 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i ogrzewać na łaźni piaskowej do usunięcia substancji organicznych, a następnie wyprażyć do stałej masy.

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

dla odczynnika ch.cz. - 1,0 mg,
dla odczynnika cz.d.a. - 1,5 mg,
dla odczynnika cz. - 3,0 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Wzorcowy roztwór chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego szczawianu amonowego rozpuścić w 50 ml ciepłej wody, w razie potrzeby przesączyć przez sączonek uprzednio odmyty gorącą wodą od jonów Cl^- . Roztwór oziębować, dodać 10 ml roztworu kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 20 min opalizacja badanego roztworu obserwowana na ciemnym tle nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworem wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. 0,01 mg Cl^- ,

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

dla odczynnika cz. 0,04 mg Cl^-

i 10 ml roztworu kwasu azotowego oraz 1 ml roztworu azotanu srebra.

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

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Węglan sodowy bezwodny.

c) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

e) Roztwór wzorcowy zawierający SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.42 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego szczawianu amonowego umieścić w tyglu platynowym, dodać 0,2 g węglanu sodowego i 15 ml wody. Roztwór odparować do sucha początkowo na łaźni wodnej, a następnie na łaźni piaskowej i przepażyć w piecu elektrycznym do całkowitego rozkładu.

Pozostałość po oziębieniu rozpuścić w 10 ml wody, przenieść ilościowo do tygla niklowego, dodać 1 ml roztworu nadtlenku wodoru, 0,1 ml roztworu kwasu solnego i odparować ponownie do sucha.

Po oziębieniu do pozostałości dodać 0,5 ml roztworu kwasu solnego, objętość roztworu dopełnić wodą do 40 ml i przesączyć (przez sączonek uprzednio przemyty gorącą wodą).

Następnie pobrać 20 ml przesącza i dodać 1 ml roztworu chlorku barowego.

Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 30 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w następujący sposób: 0,2 g węglanu sodowego, 1 ml nadtlenu wodoru i 0,1 ml roztworu kwasu solnego odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 40 ml wody zawierającej 0,5 ml roztworu kwasu solnego i przesączyć przez sączek uprzednio przemyty gorącą wodą.

Do 20 ml przesącza dodać:

dla odczynnika ch.cz. - 0,05 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz. - 0,2 mg SO_4^{2-} ,

i 1 ml roztworu chlorku barowego.

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- Amoniak cz.d.a. roztwór 10-procentowy.
- Kwas octowy cz.d.a. lodowaty.
- p-Nitrofenol - wskaźnik, roztwór 0,2n.
- Woda siarkowodorowa przygotowana wg PN-68/C-06500 p. 2.2.40.
- Roztwór wzorcowy zawierający 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 Pb^{2+} .

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Do 2,00 g badanego szczawianu amonowego dodać 3 ml kwasu solnego i odparować na łaźni piaskowej do sucha. Następnie suchą pozostałość rozpuścić w 0,5 ml kwasu solnego i 15 ml wody ogrzewając na łaźni wodnej w parownicy przykrytej szkiełkiem zegarkowym.

Roztwór oziębć do temperatury pokojowej, dodać dwie krople p-nitrofenolu i zobojętnić roztworem amoniaku. Następnie do roztworu dodać 0,5 ml kwasu octowego, 10 ml wody siarkowodorowej i wymieszać.

Badany szczawian 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. - 0,01 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,03 mg Pb^{2+}

i te same ilości odczynników.

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

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a, roztwór 25-procentowy.
- 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.
- 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.
- Amoniak cz.d.a, roztwór 10-procentowy.
- Roztwór wzorcowy żelaza (Fe^{3+}) przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego szczawianu amonowego dla odczynnika ch.cz. lub 2,00 g dla odczynnika cz.d.a. i cz. przeparażyć w tyglu porcelanowym do całkowitego rozkładu.

Do pozostałości dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego i odparować do sucha. Otrzymaną pozostałość zwilżyć 1 ml roztworu kwasu azotowego, rozpuścić w 15 ml wody i przenieść ilościowo do kolby stożkowej.

Następnie roztwór zadać 5 ml roztworu kwasu askorbinowego, dodać 5 ml roztworu 2,2'-dwupirydylu, wymieszać, pH roztworu doprowadzić amoniakiem do 3,5 i objętość roztworu dopełnić wodą do 100 ml.

Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 30 min 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. - 0,015 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. - 0,02 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6193-20

1. Istotne zmiany do ZN-56/MPCh/F-594

- wprowadzono gatunek "chemicznie czysty",
- podano wymagania dla produktu ch.cz. dostosowując je do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1469-68,
- dostosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego RC 1469-68.

Dotychczas obowiązująca ZN-56(MPCh)F-594 zostaje unieważniona z dniem 30 czerwca 1970 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1469-68 Реактивы. АММОНИЙ щавелевокислый

3. Odpowiedniki w normach zagranicznych

ZSRR ГОСТ 5712-67 Реактивы. Аммоний щавелевокислый
CSSR ČSN 686662-53 Stavelan amonny
WRL MSZ 9514-59 Ammoniumoxalat analitikai celokra
NRD TGL 8903-62 Ammoniumoxalat

4. Symbol wg SWW dla gatunku:

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