

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Cytrynian dwuamonowy	6193-70
		Grupa katalogowa X-52

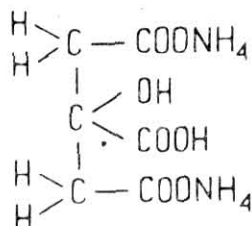
### 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest cytrynian dwuamonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Cytrynian dwuamonowy ma:

a) wzór sumaryczny:  $(\text{NH}_4)_2 \text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$

b) wzór strukturalny:



c) masę cząsteczkową: 226,19 (1971).

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki cytrynianu dwuamonowego oznaczane:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia cytrynianu dwuamonowego czystego do analizy:

CYTRYNIAN DWUAMONOWY cz.d.a. BN-75/6193-70

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne” dnia 30 września 1975 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1976 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1976 poz. 7)

### 3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Cytrynian dwuamonowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

#### 3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość cytrynianu dwuamonowego (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HC <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> %, nie mniej niż	99	97,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu, %, nie więcej niż	0,02	0,05
d) Chlorków (Cl <sup>-</sup> ), %, nie więcej niż	0,0005	0,003
e) Siarczanów (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
f) Fosforanów (PO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Winianów i substancji zwęglających się kwasem siarkowym	wg 5.3.7	
h) Metali ciężkich (j. Pb <sup>2+</sup> ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Żelaza (Fe <sup>3+</sup> ), %, nie więcej niż	0,0005	0,002

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Cytrynian dwuamonowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

Masa opakowania netto: 250 g, 500 g, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

### 5. BADANIA

#### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości cytrynianu dwuamonowego (3.2 a),
- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 b),

- c) oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (3.2 c),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2 d),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2 e),
- f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2 f),
- g) oznaczanie zawartości winianów i substancji zwęglających się kwasem siarkowym (3.2 g),
- h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2 h),
- i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2 l).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości cytrynianu dwuamonowego $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 3,0000 g badanego cytrynianu dwuamonowego rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> wody, dodać 40 cm<sup>3</sup> formaliny i odstawić na 30 min. Roztwór miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do wystąpienia trwałego różowego zabarwienia.

Zawartość cytrynianu dwuamonowego  $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$  ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0754 \cdot 100}{m_1} = \frac{V \cdot 7,54}{m_1}$$

którym:

- $V$  - objętość ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- $m_1$  - odważka badanego cytrynianu dwuamonowego, g,
- 0,0754 - ilość cytrynianu dwuamonowego odpowiadająca ściśle 1 cm<sup>3</sup> 1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego cytrynianu dwuamonowego rozpuścić w 600 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot 100}{60}$$

w którym  $m_2$  - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu. 10,00 g badanego cytrynianu dwuamonowego spalić w uprzednio wyprażonej i zważonej parownicy platynowej, a następnie wyprażyć w temperaturze około 800°C do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_3 \cdot 100}{10} = m_3 \cdot 10$$

w którym  $m_3$  - masa pozostałości po prażeniu, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

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

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego cytrynianu dwuamonowego dla gatunku cz.d.a. i 1,00 g cytrynianu dwuamonowego dla gatunku cz. rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

Badany cytrynian dwuamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla gatunku cz.d.a. - 0,02 mg  $\text{Cl}^-$ ,

dla gatunku cz. - 0,03 mg  $\text{Cl}^-$

oraz te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

b) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

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

d) Pozostałe odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04519.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 8,00 g badanego cytrynianu dwuamonowego umieścić w parownicy platynowej, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 0,8 g węglanu sodowego. Roztwór odparować do sucha na łaźni wodnej, spalić na płytce elektrycznej, a następnie wyprażyć w piecu elektrycz-

nym. Wyprażoną białą pozostałość rozpuścić ogrzewając w 10 cm<sup>3</sup> wody, przenieść do parownicy szklanej, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu nadtlenu wodoru, 0,2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Pozostałość rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, zobojętnić kwasem solnym wobec papierka uniwersalnego, dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, zagotować, ostudzić i dopełnić wodą do objętości 40 cm<sup>3</sup> (roztwór A).

Pobrać 10 cm<sup>3</sup> roztworu A (2 g), dopełnić wodą do objętości 46 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany cytrynian dwuamonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 30 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,10 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

dla odczynnika cz. - 0,20 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

oraz te same ilości odczynników.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04503 p. 2.2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 10 cm<sup>3</sup> roztworu A wg 5.3.5.2 zobojętnić, uzupełnić wodą do objętości 15 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

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

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>,

dla odczynnika cz. - 0,02 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

oraz te same ilości odczynników.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości kwasu winowego oraz innych substancji zwęglających się kwasem siarkowym

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Chlorek żelazowy cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 4,505 g chlorku żelazowego (FeCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O) rozpuścić w kolbie pomiarowej objętości 100 cm<sup>3</sup> w roztworze kwasu solnego, objętość roztworu dopełnić roztworem kwasu solnego do kreski i wymieszać. Przed przygotowaniem roztworu należy oznaczać zawartość procentową chlorku żelazowego i w razie potrzeby należy wprowadzić poprawkę do odważki preparatu.

d) Chlorek kobaltawy cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 5,950 g chlorku kobaltowego ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności  $100 \text{ cm}^3$  w roztworze kwasu solnego, objętość roztworu dopełnić roztworem kwasu solnego do kreski i wymieszać. Przed przygotowaniem roztworu należy oznaczać zawartość procentową chlorku kobaltowego i w razie potrzeby wprowadzić poprawkę do odważki preparatu.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego cytrynianu dwuamonnego umieścić w probówce z bezbarwnego szkła (średnicy 20 mm, wysokości 140 mm) uprzednio przemytej kwasem siarkowym, dodać  $10 \text{ cm}^3$  kwasu siarkowego, dokładnie wymieszać i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze  $85^\circ\text{C}$  w ciągu 30 min.

Badany cytrynian dwuamonnawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego, nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości  $1,0 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku kobaltowego,  $5,4 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku żelazowego i  $3,6 \text{ cm}^3$  wody.

#### 5.3.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (jako $\text{Pb}^{2+}$ )

##### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Tioacetamid cz.d.a., roztwór 4-procentowy, świeżo przygotowany.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990.  $1 \text{ cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $0,01 \text{ mg Pb}^{2+}$ .

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.  $10 \text{ cm}^3$  roztworu A wg 5.3.5.2 zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego, dodać  $1 \text{ cm}^3$  roztworu wodorotlenku sodowego oraz  $1 \text{ cm}^3$  roztworu tioacetamidu i wymieszać.

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

- dla odczynnika cz.d.a. -  $0,01 \text{ mg Pb}^{2+}$ ,
- dla odczynnika cz. -  $0,02 \text{ mg Pb}^{2+}$

oraz te same ilości odczynników.

#### 5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-75/C-04521/02.

5.3.9.2. Aparatura, przyrządy i materiały - wg PN-75/C-04521/02.

5.3.9.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Krzywą wzorcową sporządzić wg PN-75/C-04521/02 p. 6.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczenia. Do 10 cm<sup>3</sup> roztworu A wg 5.3.5.2 dodać 10 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04521/02 p. 7.

Po 30 min zmierzyć absorbancję roztworu badanego w odniesieniu do roztworu kontrolnego w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm przy długości fali 500 ÷ 540 nm z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową odczytać zawartość żelaza w mg/cm<sup>3</sup>.

Zawartość żelaza ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{Q \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{Q \cdot 10\ 000}{m_1 \cdot 1000} = \frac{Q \cdot 10}{m_1}$$

w którym:

Q - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm<sup>3</sup>,

$m_1$  - odważka badanego produktu.

Dopuszcza się zakończenie oznaczania metodą wizualną.

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 ZN-59/MPCh/N-844

a) zaostrożono wymagania dotyczące zawartości cytrynianu dwuamonowego dla gatunku cz.d.a. i cz.,

b) zaostrożono wymagania dotyczące zawartości chlorków, żelaza dla gatunku cz.d.a. oraz siarczanów dla gatunku cz.,

c) zmieniono metody oznaczania zawartości siarczanów, fosforanów, metali ciężkich i żelaza,

d) dostosowano metody badań do RWPG PC-3965-73.

3. Normy związane

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

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

PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną.

- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie 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-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

#### 4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC-3965-73 Реактивы. Аммоний лимоннокислый двузамещенный