wycof 1.09.90
6/90 poz 11
ob. 89/6191-05

6034

UKD 543-4:546.411-75

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki **Wapniowy azotan**	BN-63 6191-05 Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest azotan wapniowy, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan wapniowy ma:

a) wzór chemiczny - $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$,

b) ciężar cząsteczkowy - 236,16.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki azotanu wapniowego, oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia azotanu wapniowego gatunku cz.d.a.:

AZOTAN WAPNIOWY cz.d.a. BN-63/6191-05

1.4. Normy związane

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną

PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich, strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych

PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Azotan wapniowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie, dobrze rozpuszczalnych w alkoholu, rozpływających się na powietrzu.

Nakład wznowiony, uwzględnia zmiany i poprawki wprowadzone do dnia 25.IX.1966 r. (Wyd. II)

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 11 października 1963 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 14 lutego 1964 r.
(Mon. Pol. nr 11/1963 poz. 52)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa, Ark. wyd. 0,55 Nakł. 2500+130 Zam. 3396/66 Cena zł ~~3,60~~ 20,-

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu wapniowego $[Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O]$, %, co najmniej	99,0	98,0
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01
c) Zawartość chlorków (Cl^-), %, najwyżej	0,002	0,005
d) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,005	0,02
e) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,0002	0,0005
f) Zawartość metali ciężkich (jako Pb^{2+}), %, najwyżej	0,0005	0,001
g) Zawartość magnezu i metali alkalicznych (jako SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,2	0,4
h) Zawartość baru (Ba^{2+}), %, najwyżej	0,005	0,01
i) Zawartość fosforanów (PO_4^{3-}), %, najwyżej	0,001	0,002
j) pH 5-procentowego roztworu w temperaturze 20°C, w granicach	5,0÷6,5	5,0÷6,5

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE i PRZECHOWYWANIE

Azotan wapniowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania: słoiki szklane zamykane doszlifowanymi korkami szklanymi lub zwykłymi korkami zalanymi na zewnątrz parafiną.

Masa netto: 250 i 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Oznaczanie zawartości azotanu wapniowego $[Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O]$

4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy cz.d.a.

b) Cynk metaliczny proszek cz.d.a.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 27-procentowy roztwór wodny.

d) Chlorek sodowy cz.d.a.

e) Mureksyd - wskaźnik.

f) Siarczan cynkowy cz.d.a., 0,05 m roztwór, przygotowany w następujący sposób: odważyć 0,05 gramatomu cynku (3,2690 g) z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 200 ml, dodać 50 ml wody oraz 10 ml kwasu siarkowego, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i umieścić na łaźni wodnej. Po całkowitym roztworzeniu cynku przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać. W ten sposób otrzymany roztwór siarczanu cynkowego służy do nastawiania miana wersenianu dwusodowego.

g) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,05 m, przygotowany w następujący sposób: odważyć 18,6100 g wersenianu dwusodowego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Miano roztworu ustalić w następujący sposób: 25 ml roztworu siarczanu cynkowego pobrać pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 100 ÷ 150 ml, dodać 2 ÷ 3 ml roztworu buforowego na każde 100 ml cieczy, następnie na końcu łopatki - stałej mieszaniny czerni eriochromowej T z chlorkiem sodowym i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia zabarwienia roztworu z czerwonego w niebieskie. Wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczania; różnica pomiędzy poszczególnymi oznaczaniami nie powinna przekroczyć 0,05 ml (błąd kropli).

h) Mieszanina wskaźnika mureksydu oraz chlorku sodowego, przygotowana w następujący sposób: 0,10 g mureksydu, odważonego z dokładnością do 0,01 g, dokładnie rozetrzeć w moździerzu z 20 g chlorku sodowego na drobny, jednorodny proszek.

4.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 250 ÷ 300 ml. Do roztworu dodać 2 ml wodorotlenku sodowego, a następnie 0,1 g mieszaniny mureksydu z chlorkiem sodowym i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do fioletoworóżowego zabarwienia.

Wykonać co najmniej trzy oznaczania.

Zawartość azotanu wapniowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}011808 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1{,}1808}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

0,011808 - ilość azotanu wapniowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,05 m roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m - odważka badanego azotanu wapniowego, g.

Różnica pomiędzy dwoma kolejnymi oznaczaniami nie powinna przekraczać 0,2%.

4.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 150 ml wody zakwaszonej 1,5 ml kwasu azotowego cz.d.a. (1,15) i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany azotan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

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

dla odczynnika cz. - 6 mg.

4.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-). 2 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04518. Do roztworów porównawczych dodać:

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

dla odczynnika cz. - 0,1 mg Cl^-.

4.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}). 2 g badanego azotanu wapniowego dla odczynnika cz.d.a. lub 1 g dla odczynnika cz., odważonych z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04519 sposobem A. Do roztworów porównawczych dodać:

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

dla odczynnika cz. - 0,2 mg SO_4^{2-}.

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

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

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

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

c) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Alkohol izoamylowy cz.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+}, przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+}.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody w cylindrze pomiarowym z doszlifowanym korkiem, dodać 2 ml kwasu solnego, 2 krople roztworu nadmanganianu potasowgo, dobrze wymieszać, dodać 5 ml roztworu rodanku amonowego, 5 ml alkoholu izoamylowego, mocno wstrząsnąć i odstawić w celu rozdzielenia warstw.

Badany azotan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy alkoholu izoamylowego w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholu izoamylowego w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie, a zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,025 mg Fe^{3+}.

4.2.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}). 5 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN/C-04515. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb^{2+},

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Pb^{2+}.

4.2.7. Oznaczanie zawartości magnezu i metali alkalicznych (jako siarczany)

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Kwas szczawiowy cz.d.a., roztwór 4-procentowy.

c) Amoniak cz.d.a., roztwór wodny, nie zawierający kwasu węglowego, przygotowany zgodnie z PN/C-06501 i rozcieńczony 1:2.

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

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 400 ÷ 500 ml w 100 ml wody, dodać 5 ml kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i dodać 100 ml roztworu kwasu szczawiowego. Po ostudzeniu ostrożnie zobojętnić roztworem amoniaku wobec papierka lakmusowego. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 250 ml i pozostawić na 4 godz w celu opadnięcia osadu. Po odstaniu odsączyć 125 ml roztworu do parownicy pojemności 250 ÷ 300 ml. Przesącz odparować na łaźni wodnej do sucha, wysuszyć w suszarce w temperaturze 120°C, usunąć sole amonowe przez ogrzewanie na łaźni piaskowej, następnie lekko wyprażyć zawartość parownicy w płomieniu palnika. Pozostałość po oziębieniu zadać 10 kroplami kwasu siarkowego i kilku mililitrami wody. Roztwór odparować na wrzącej łaźni wodnej, a następnie na łaźni piaskowej. Odpędzić kwas siarkowy. Pozostałość rozpuścić w 3 ÷ 5 ml wody i odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Czynność tę powtórzyć trzykrotnie, po czym rozpuścić ponownie w wodzie, przesączyć zbierając przesącz do odważonej parownicy. Roztwór odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej i ostrożnie wyprażyć do stałej masy.

Badany azotan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 5 mg,

dla odczynnika cz. - 10 mg.

Przy obliczaniu wyników wprowadzić poprawkę na zawartość magnezu i metali alkalicznych w stosowanych odczynnikach. Wykonać ślepą próbę.

4.2.8. Oznaczanie zawartości baru (Ba^{2+})

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Octan sodowy cz.d.a.

b) Kwas octowy cz.d.a. (1,04).

c) Dwuchromian potasowy cz.d.a. 10-procentowy roztwór wodny.

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 15 ml wody. Roztwór przesączyć, następnie dodać 0,05 ml kwasu octowego, 4 g octanu sodowego i 0,3 ml roztworu dwuchromianu potasowego oraz zapoczątkować reakcję przez pocieranie pręcikiem szklanym.

Badany azotan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po upływie 25 min nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie powstałe w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg Ba^{2+},

dla odczynnika cz. - 0,2 mg Ba^{2+}.

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

4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 5n.

b) Molibdenian amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Metawanadan amonowy cz.d.a.,roztwór przygotowany w następujący sposób: 2,4 g metawanadanu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić ogrzewając w około 100 ÷ 200 ml wody, dodać 20 ml kwasu azotowego, ostudzić przelać do kolby pojemności 1 l i dopełnić wodą do kreski.

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego azotanu wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 5 ml wody, do roztworu dodać 6,5 ml roztworu kwasu azotowego, 2,5 ml roztworu molibdenianu amonowego oraz 2,5 ml metawanadanu amonowego. Roztwór wymieszać i przelać do płaskodennej probówki z bezbarwnego szkła.

Badany azotan wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu po 10 min,obserwowane wzdłuż osi probówki na tle mlecznego szkła, nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości, w takiej samej probówce te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg PO_4^{3-},

dla odczynnika cz. - 0,02 mg PO_4^{3-}.

4.2.10. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego wykonać na pehametrze w temperaturze 20°C.

K O N I E C