

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	
	Odczynniki Azotan strontowy	
	BN-79 6191-111	
	Zamiast BN-73/6191-111	
	Grupa katalogowa X 51	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest azotan strontowy stosowany jako odczynnik chemiczny oraz w przemyśle elektronicznym do wyrobu past emisyjnych, w przemyśle pirotechnicznym, fotochemicznym i ceramicznym.

Azotan strontowy ma:

- a) wzór chemiczny — $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$,
- b) masę cząsteczkową — 211,63.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki azotanu strontowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu strontowego czystego do analizy:

AZOTAN STRONTOWY cz.d.a. BN-79/6191-111

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan strontowy powinien mieć postać kryształów barwy białej, rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu strontowego $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, %, nie mniej niż	99,5	99
b) Zawartość baru (Ba^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,5
c) Zawartość wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,05

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
d) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Zawartość wilgoci, %, nie więcej niż	0,1	0,5
f) Zawartość chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,005 ¹⁾
g) Zawartość soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
h) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,02
i) Zawartość fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
j) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0002
k) Zawartość metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
l) Zawartość magnezu (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
m) Zawartość sodu i potasu ($\text{Na}^+ + \text{K}^+$), %, nie więcej niż	0,05	0,1
n) pH 5-procentowego roztworu w temperaturze 25°C	5 ÷ 7,5	5 ÷ 7,5

¹⁾ Dla Zakładów Wytwórczych Lamp Elektrycznych POLAM im. Róży Luksemburg w Warszawie zawartość chlorków (Cl^-) w gatunku cz. — nie więcej niż 0,002%.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Azotan strontowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 dla wyrobów szkodliwych dla zdrowia.

Rodzaj opakowania jednostkowego: słoiki ze szkła oranżowego, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturo-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 20 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1980 r. (Dz. Norm. i Miar nr 13/1979 poz. 69)

wą chronioną folią polietylenową albo z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowania netto: 250, 500 i 1000 g.

Rodzaj opakowania transportowego: skrzynki drewniane lub kontenery, w które pakowane są słoiki szklane, odpowiednio zabezpieczone tekturą falistą, lub worki polietylenowe wg BN-77/6414-06, o zawartości masy netto 50 kg, umieszczone w workach papierowych czterowarstwowych wg PN-76/P-79005, o wymiarach i sposobie zamknięcia wg PN-68/O-79027.

Za zgodą odbiorcy można stosować inne opakowania, jeżeli zabezpieczają one produkt co najmniej w takim stopniu, jak poprzednio wymienione opakowania i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm.

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

Transport należy przeprowadzać zgodnie z przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej oraz z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) oznaczanie zawartości azotanu strontowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości baru (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wapnia (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości wilgoci (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2i),
- k) oznaczanie zawartości żelaza (3.2j),
- l) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2k),
- m) oznaczanie zawartości magnezu (3.2l),
- n) oznaczanie zawartości sodu i potasu (3.2m),
- o) oznaczenie pH — 5-procentowego roztworu (3.2n).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika cz.d.a. pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- a) wielkość partii — 500 kg,
- b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- c) liczbę 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
ponad 161	10

d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego.

Sprawdzenie postaci, barwy oraz nieobecności zanieczyszczeń obcych przeprowadza się przez oględziny gołym okiem.

5.3.2. Oznaczanie zawartości azotanu strontowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda amoniakalna cz.d.a. (0,901), roztwór (1 + 1).

b) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05M.

c) Wskaźnik mieszany: 1 g metaloftaleiny, 0,5 g zieleni naftolowej B i 0,05 g czerwieni metylowej rozetrzeć dokładnie w moździerzu agatowym z 100 g chlorku sodowego cz.d.a.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,5000 g azotanu strontowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C, przenieść do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i rozpuścić w 30 cm³ wody destylowanej.

Dodać 5 cm³ roztworu amoniaku, szczyptę wskaźnika mieszanego i miareczkować 0,05M roztworem wersenianu dwusodowego do odbarwienia się roztworu.

Zawartość azotanu strontowego (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,01058 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka azotanu strontowego, g,
0,01058 — ilość Sr(NO₃)₂ odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5% wyniku mniejszego.

5.3.3. Oznaczanie zawartości baru (Ba²⁺)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Dwuchromian potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Kwas octowy cz.d.a., lodowaty i roztwór 30-procentowy.

c) Octan sodowy cz.d.a., stały i roztwór 1-procentowy.

d) Oranż metylowy wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.

e) Roztwór wzorcowy baru, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.7, rozcieńczony wodą 10 ÷ 90. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg Ba²⁺.

f) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania dla gatunku cz.d.a. 1,5000 g azotanu strontowego, wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C, przenieść do cylindra Nesslera i rozpuścić w 20 cm³ wody destylowanej, dodać 1 g octanu sodowego, 0,15 cm³ roztworu kwasu octowego i 1 cm³ roztworu dwuchromianu potasowego. Objętość roztworu uzupełnić wodą do 50 cm³.

Badany azotan strontowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 30 min będzie słabsze lub równe zmętnieniu w równocześnie przygotowanym roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla odczynnika cz.d.a. — 0,15 mg Ba²⁺.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania dla gatunku cz. 5,0000 g azotanu strontowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy, rozpuścić w 400 cm³ wody, w zlewce pojemności 600 cm³, dodać kroplę oranżu metylowego i zobojętnić roztworem amoniaku. Do obojętnego roztworu dodać 6,00 g octanu sodowego, 1 cm³ kwasu octowego lodowatego, zgotować i na gorąco strącić bar, dodając kroplami 1 cm³ roztworu dwuchromianu potasowego. Strącanie przeprowadzić wolno mieszając roztwór, po dodaniu każdej kropli dwuchromianu potasowego. Roztwór z osadem pozostawić na 4 h, po czym przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany sączek G4. Osad na sączku przemyć roztworem octanu sodowego, aż przesącz będzie bezbarwny, a następnie dwukrotnie wodą destylowaną. Osad wysuszyć w temperaturze 130°C do stałej masy i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość baru (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot 0,5421}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m₂ — masa wysuszonego osadu, g,

m — odważka próbki, g,

0,5421 — współczynnik przeliczeniowy BaCrO₄ na Ba²⁺.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie powinna przekroczyć 10% wyniku niższego.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego azotanu strontowego rozpuścić w wodzie destylowanej w zlewce pojemności 600 cm³. Zlewkę nakryć szkłem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 1 h na wrzącej łaźni wodnej.

Roztwór przesączyć przez uprzednio zważony, wysuszony w temperaturze 105 ÷ 110°C, do stałej masy, szklany tygiel G4. Osad w tyglu przemyć dokładnie gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,
dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości wilgoci. 5,0000 g badanego azotanu strontowego zważyć w naczynku wagowym, uprzednio wysuszonym do stałej masy i wysuszyć w temperaturze 120°C do stałej masy.

Zawartość wilgoci (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_3 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

m₃ — masa wysuszonego azotanu strontowego, g,

m — odważka badanego azotanu strontowego, g.

5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

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

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 20,00 g badanego azotanu strontowego, uprzednio wysuszonego w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy, rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór z kolby przesączyć przez suchy sączek z bibuły, odrzucając pierwsze 5 cm³ przesączu. Roztwór zachować do dalszych oznaczeń (roztwór A).

Do oznaczania zawartości chlorków pobrać 25 cm³ roztworu A dla odczynnika cz.d.a. lub 5 cm³ dla odczynnika cz. i rozcieńczyć do objętości 25 cm³. Oznaczanie wykonać sposobem A wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany azotan strontowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu będzie słabsze lub równe zmętnieniu roztworu

porównawczego, zawierającego te same ilości odczynników oraz dla:

odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Cl^- ,

odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^- ,

odczynnika cz. dla ZWL — Polam — 0,02 mg Cl^- .

5.3.7. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynnik Nesslera — Winklera przygotowany w następujący sposób: 1 g jodku rtęciowego cz.d.a. i 5 g bromku potasowego cz.d.a. rozpuścić w 10 cm^3 wody, do roztworu dodać 2,5 g wodorotlenku sodowego rozpuszczonego w 20 cm^3 wody, a następnie 60 cm^3 wody; następnego dnia zdekantować nad osadu; odczynnik Nesslera — Winklera przechowywać w ciemnym miejscu w butelce szczelnie zamkniętej z doszlifowanym korkiem, cienko posmarowanym wazeliną.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., stały i roztwór 20-procentowy, nie zawierający NH_4^+ , przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 p. 2.2.23.6.

c) Wzorcowy roztwór zawierający jon amonowy (NH_4^+), przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1 i rozcieńczony wodą 1 + 99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg NH_4^+ .

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g azotanu strontowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 , rozpuścić w 30 cm^3 wody destylowanej, dodać 8 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, uzupełnić wodą do kreski, zamknąć korkiem i dokładnie wymieszać. Po wymieszaniu, kolbę z roztworem pozostawić aż do całkowitego opadnięcia osadu.

Do oznaczania pobrać 25 cm^3 klarownego roztworu i dodać 1 cm^3 roztworu Nesslera — Winklera.

Badany azotan strontowy cz.d.a. odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółtobrazowe zabarwienie badanego roztworu jest mniej lub tak samo intensywne, jak zabarwienie roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości 2 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, 1 cm^3 roztworu Nesslera — Winklera oraz 0,025 mg NH_4^+ .

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

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a.

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

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

d) Roztwór wzorcowy siarczanów przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.42, rozcieńczony wodą 1 + 99. 1 cm^3 tak rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 5 cm^3 roztworu A wg 5.3.6.2 umieścić w cylindrze Nesslera, rozcieńczyć do objętości 20 cm^3 , dodać 1 cm^3 roztworu kwasu solnego, 10 cm^3 alkoholu i 1 cm^3 roztworu chlorku barowego, mieszając roztwór po dodaniu każdego z odczynników.

Badany azotan strontowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu po upływie 30 min będzie mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla:

odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} .

odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg SO_4^{2-} ,

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

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

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,0000 g badanego azotanu strontowego umieścić w cylindrze Nesslera i rozpuścić w 15 cm^3 wody destylowanej.

Oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04503 p. 2.3.3.

Badana próbka odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane żółte zabarwienie roztworu badanego jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, zawierającego tę samą ilość odczynnika oraz dla odczynnika cz.d.a. 0,01 mg PO_4^{3-} .

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

5.3.10.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521.03 p. 3 i 4.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 25 cm^3 roztworu A wg 5.3.6.2 umieścić w zlewce pojemności 100 cm^3 ; oznaczanie wykonać zgodnie z PN-75/C-04521.03 p. 8. Badany azotan strontowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego jest równa lub mniejsza od absorbancji roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz dla:

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

odczynnika cz. — 0,01 mg Fe^{3+} .

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

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

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 10 cm^3 roztworu A przygotowanego wg 5.3.6.2 umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm^3 . Oznaczanie wykonać zgodnie z PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany azotan strontowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, zawierającego te same ilości odczynników oraz dla:

odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Pb^{2+} ,

odczynnika cz. — 0,02 mg Pb^{2+} .

5.3.12. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.3.12.1. Aparatura

- Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- Lampa wapniowa z katodą wnąkową.

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy cz. bezwodny.
- Eter dwuetylowy cz. bezwodny.
- Mieszanina alkoholowo-eterowa: 100 cm^3 alkoholu zmieszane ze 100 cm^3 eteru.
- Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany wg PN-68/C-04053 p. 2.4b), rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 cm^3 tak rozcieńczonego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Ca^{2+} .

5.3.12.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Wapń należy oznaczać przy długości fali 422,7 nm.

Przygotowanie przyrządu do oznaczania wykonać zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji wapnia dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A:

- szerokość szczeliny 0,1 mm,
- natężenie prądu lampy 8 mA,
- wysokość strefy pomiarowej 8 mm,
- przepływ powietrza 5,0 dm^3/min ,
- przepływ acetyleny 1,0 dm^3/min .

5.3.12.4. Przygotowanie skali wzorów i krzywej wzorcowej.

Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno: 1,0, 2,0, 4,0, 6,0, 10,0 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie wapnia w poszczególnych kolbach wynosi $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $6 \cdot 10^{-6}$ i $1 \cdot 10^{-5}$ g $\text{Ca}^{2+}/\text{cm}^3$.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.12.5. Wykonanie oznaczania. 5,0000 g azotanu strontowego o czystości cz. lub 109 cz.d.a. drobno sproszkowanego, wysuszonego do stałej masy w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ przenieść do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 cm^3 , zalać 10 cm^3 alkoholu etylowego i 10 cm^3 eteru dwuetylowego.

Zawartość kolby dokładnie wymieszać, zamknąć i pozostawić na 10 h. Klarowny roztwór znad osadu przesączyć przez suchy sącdek zwilżony mieszaniną alkoholowo-eterową. Przesączyć zebrać do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 . Osad przemyć przez pięciokrotną dekantację mieszaniną alkoholowo-eterową w ilości po 5 cm^3 . Przesączyć, połączony z roztworem z przemycia, odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozos-

tałość rozpuścić w 50 cm^3 wody destylowanej, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać (roztwór 1).

Roztwór 1 zachować do oznaczania magnezu.

Zmierzyć absorbancję wapnia w roztworze 1. Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość wapnia.

Zawartość wapnia (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_4 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

- a_4 — ilość wapnia w próbce odczytana z krzywej wzorcowej, g/ cm^3 ,
- V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm^3 ,
- m — odważka próbki, g.

Dopuszcza się oznaczanie wapnia metodą kompleksometryczną przez miareczkowanie wersenianem dwusodowym wobec kalcesu.

5.3.13. Oznaczanie zawartości magnezu (Mg^{2+})

5.3.13.1. Aparatura

- Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- Lampa magnezowa z katodą wnąkową.

5.3.13.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy magnezu: 0,1 wolnych od tlenu wiórków magnezowych rozpuścić w kolbie pojemności 1 dm^3 w minimalnej ilości kwasu solnego (1,19), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Mg^{2+} .

5.3.13.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Magnez należy oznaczać przy długości fali 285,2 nm.

Przyrząd należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji magnezu dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A:

- szerokość szczeliny 0,1 mm,
- natężenie prądu lampy 4 mA,
- wysokość strefy pomiarowej 15 mm,
- przepływ powietrza 5,0 dm^3/min ,
- przepływ acetyleny 1,0 dm^3/min .

5.3.13.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.

Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 4,0 i 6,0 cm^3 roztworu wzorcowego magnezu uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie magnezu w poszczególnych roztworach wynosi $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ i $6 \cdot 10^{-6}$ g $\text{Mg}^{2+}/\text{cm}^3$.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.13.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję magnezu w roztworze 1, przygotowanym wg 5.3.12.5. Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość magnezu.

Zawartość magnezu (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_5 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

- a_5 — ilość magnezu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,
- m — odważka próbki, g.

Dopuszcza się oznaczanie magnezu metodą kompleksometryczną z zastosowaniem żółci tytanowej.

5.3.14. Oznaczanie zawartości sodu (Na⁺)

5.3.14.1. Aparatura

- a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa sodowa z katodą wnątkową.
- c) Palnik acetylenowo-powietrzny do emisji.

5.3.14.2. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan strontowy spektralnie cz.
- b) Roztwór wzorcowy sodu przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d), rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 cm³ tak rozcieńczonego roztworu zawiera 1 · 10⁻⁴ g Na⁺.

5.3.14.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Sód należy oznaczać przy długości fali 589,0 nm.

Przyrząd należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu. Optymalne warunki pomiaru absorbancji sodu dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A:

- szerokość szczeliny 0,1 mm,
- natężenie prądu lampy 6 mA,
- wysokość strefy pomiarowej 12 mm,
- przepływ powietrza 5,0 dm³/min,
- przepływ acetyleny 1,0 dm³/min.

5.3.14.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 i 4,0 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dodać po 1,0000 g azotanu strontowego spektralnie cz. rozpuszczonego w niewielkiej ilości wody, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie sodu w poszczególnych kolbach wynosi 5 · 10⁻⁷, 1 · 10⁻⁶, 2 · 10⁻⁶, 3 · 10⁻⁶ i 4 · 10⁻⁶ g Na⁺/cm³.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.14.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,000 g badanego azotanu strontowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C, rozpuścić w niewielkiej ilości wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję sodu w otrzymanym roztworze.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość sodu.

Zawartość sodu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_6 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (6)$$

w którym:

- a_6 — ilość sodu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,
- m — odważka próbki, g.

Dopuszcza się oznaczanie sodu metodą emisyjną.

5.3.15. Oznaczanie zawartości potasu (K⁺)

5.3.15.1. Aparatura

- a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa potasowa z katodą wnątkową.
- c) Palnik acetylenowo-powietrzny do emisji.

5.3.15.2. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan strontowy spektralnie cz.
- b) Chlorek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy potasu, przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e), rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 cm³ tak rozcieńczonego roztworu zawiera 1 · 10⁻⁴ g K⁺.

5.3.15.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Potas należy oznaczać przy długości fali 766,5 nm.

Przyrząd należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji potasu dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A:

- szerokość szczeliny 0,1 mm,
- natężenie prądu lampy 6 mA,
- wysokość strefy pomiarowej 12 mm,
- przepływ powietrza 5,0 dm³/min,
- przepływ acetyleny 1,0 dm³/min.

5.3.15.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 3,0 i 4,0 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dodać po 1,0000 g azotanu strontowego spektralnie cz. i po 1 cm³ roztworu chlorku sodowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie potasu w poszczególnych kolbach wynosi 5 · 10⁻⁷, 1 · 10⁻⁶, 2 · 10⁻⁶, 3 · 10⁻⁶ i 4 · 10⁻⁶ g K⁺/cm³.

Zmierzyć absorbcję sporządzonych roztworów, stosując jako roztwór odniesienia wodę destylowaną, zawierającą w objętości 100 cm³ 1 cm³ roztworu chlorku sodowego. Z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.15.5. Wykonanie oznaczania. 1,0000 g badanego azotanu strontowego, poprzednio wysuszonego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w niewielkiej ilości wody, dodać 1 cm³ roztworu chlorku sodowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość potasu.

Zmierzyć absorbcję otrzymanego roztworu.

Zawartość potasu (X₇) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{a_7 \cdot V \cdot 100}{m} \quad (7)$$

w którym:

a₇ — ilość potasu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m — odważka próbki, g.

Dopuszcza się oznaczanie potasu metodą emisyjną.

5.3.16. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu

5.3.16.1. Aparatura. Pehametr laboratoryjny.

5.3.16.2. Wykonanie oznaczania. 5,0000 g azotanu strontowego, wysuszonego do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C, rozpuścić w 95 cm³ wody destylowanej wolnej od CO₂ i zmierzyć pH zgodnie z PN-77/C-04963 p. 2.2.6.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne, Tarnowskie Góry.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-111

a) zwiększono zawartość Ba w gatunku cz. z 0,1 do 0,5%,

b) zwiększono zawartość Cl w gatunku cz. z 0,001 do 0,005%,

c) wprowadzono metodę absorpcji atomowej oznaczania Na, K, Mg i Ca,

d) wprowadzono metodę wagową oznaczania Ba w azotanie strontowym cz.

3. Normy związane

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

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

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu amonowego

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczyn-

ników, 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 przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

4. Dokumenty związane

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. TiZK z 1968 r. nr 4, poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r.)

5. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne

RWPG PC 5470-76 Реактивы. Стронций азотнокислый

NRD TGL 12140 Labor — und Feinchemikalien Strontiumnitrat wasserfrei

WRL MSZ 3795-59 Strontiumnitrat analitikai celokra

ZSRR ГОСТ 5429-74 Реактивы. Стронций азотнокислый

6. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.