

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki	6191-09
	Zasadowy węglan magnezowy	Zamiast BN-64/6191-09
		Grupa katalogowa X 51

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest zasadowy węglan magnezowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan magnezowy zasadowy ma:

- a) wzór ogólny przybliżony  $3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę cząsteczkową 365,39 (1963 r. ).

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki zasadowego węglanu magnezowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia zasadowego węglanu magnezowego czystego do analizy:

ZASADOWY WĘGLAN MAGNEZOWY cz.d.a.  
BN-74/6191-09

## 3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Zasadowy węglan magnezowy ma postać białego proszku lub białych grudek nierozpuszczalnych w wodzie, rozpuszczalnych w kwasach, w roztworach soli amonowych oraz w wodzie nasyconej dwutlenkiem węgla.

### 3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość magnezu (Mg), %, w zasadowym węglanie magnezowym, nie mniej niż	24,0	24,0
b) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,5	0,5
c) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, nie więcej niż	0,005	0,03

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
d) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,03
e) Siarki całkowitej ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,1	0,02
f) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
h) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,005
i) Cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
j) Baru ( $\text{Ba}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
k) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,1	0,3
l) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0002	0,0002

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Zasadowy węglan magnezowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub z innego tworzywa sztucznego oraz dla produktu cz. worki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000, 2500, 5000 g, 50 kg.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 30 listopada 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1975 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

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

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości magnezu w zasadowym węglanie magnezowym (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości siarki całkowitej (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości cynku (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości baru (3.2j),
- k) oznaczanie zawartości wapnia (3.2k),
- l) oznaczanie zawartości arsenu (3.2l).

**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 magnezu (Mg)

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., 1N roztwór.
- b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 1N roztwór.
- c) Oranż metylowy wsk. 0,1-procentowy roztwór.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania metodą miareczkową.** Około 0,5000 g badanego węglanu magnezowego zasadowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 25 cm<sup>3</sup> wody i 25 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Roztwór wymieszać do rozpuszczenia się osadu.

Nadmiar kwasu solnego odmiareczkować roztworem wodorotlenku potasowego wobec oranżu metylowego jako wskaźnika.

Zawartość magnezu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,01216 \cdot 100}{m} = \frac{1,216 \cdot (V - V_1)}{m}$$

w którym:

- V — objętość ściśle 1N roztworu kwasu solnego zużyta w nadmiarze, cm<sup>3</sup>,  
 V<sub>1</sub> — objętość ściśle 1N roztworu wodorotlenku potasowego zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

m — odważka badanego węglanu magnezowego zasadowego, g,

0,01216 — ilość magnezu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 1N kwasu solnego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie.** 4,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, dodać 100 cm<sup>3</sup> gorącej, świeżo wygotowanej od CO<sub>2</sub> wody, wymieszać, ogrzać do wrzenia i gotować 3 min.

Następnie kolbę zdjąć z ognia, zatkać korkiem i odstawić do ochłodzenia, po czym przesączyć. 50 cm<sup>3</sup> przesączu odparować do sucha w uprzednio wypróżnionej i odważonej z dokładnością do 0,0002 g parownicze porcelanowej lub kwarcowej. Pozostałość wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Badany zasadowy węglan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy dla odczynnika cz.d.a. i cz. — 10 mg.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym.** 60,00 g badanego węglanu magnezowego zasadowego zwilżyć 300 cm<sup>3</sup> wody w zlewce pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i ostrożnie małymi porcjami dodać 300 cm<sup>3</sup> kwasu solnego cz.d.a. (1,12). Zlewkę przykrytą szkłem zegarkowym postawić na przeciąg 1 godz na wrzącej łaźni wodnej i następnie zawartość przesączyć przez uprzednio zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia, G4.

Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany zasadowy węglan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,  
 dla odczynnika cz. — 18 mg.

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>)

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

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego zwilżyć 20 cm<sup>3</sup> wody i ostrożnie dodawać roztwór kwasu azotowego do rozpuszczenia próbki (około 8 cm<sup>3</sup>) oraz jeszcze nadmiar 2 cm<sup>3</sup> tego kwasu. W razie potrzeby roztwór przesączyć przez twardy sączek uprzednio przemyty gorącym 1-procentowym roztworem kwasu azotowego, przesącz umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać.

Następnie pobrać: dla odczynnika cz.d.a. 25 cm<sup>3</sup> przesączu (0,5 g), dla odczynnika cz. 10 cm<sup>3</sup> przesączu (0,2 g), dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra i wymieszać.



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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg  $\text{Cl}^-$ ,

dla odczynnika cz. — 0,06 mg  $\text{Cl}^-$

oraz 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego i 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra.

**5.3.5. Oznaczanie zawartości siarki całkowitej z siarczanów, siarczynów, siarczków i tiosiarczków (jako  $\text{SO}_4^{2-}$ )**

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory**

a) Brom cz.d.a., roztwór nasycony.

b) Kwas solny (1,12) i (1,19) cz.d.a.

c) Amoniak cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

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

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{SO}_4^{2-}$ , przygotowany wg PN-68/C-04519 i rozcieńczony w stosunku 10+990.

1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** Do 1,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego dodać 20 cm<sup>3</sup> wody, 0,1 cm<sup>3</sup> wody bromowej, ogrzać i do ogrzanego roztworu dodawać ostrożnie kwas solny (1,19) do całkowitego rozpuszczenia substancji i gotować do usunięcia zapachu bromu. Roztwór oziębć, zubożyć wobec papierka lakmusewego roztworem amoniaku, dopełnić objętość wodą do 50 cm<sup>3</sup> i wymieszać.

Następnie pobrać 25 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu (0,5 g odczynnika), dodać 40 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

Badany węglan magnezowy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

i te same ilości odczynników.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)**

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1 i 2.4.2.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego zwilżyć 40 cm<sup>3</sup> wody i ostrożnie dodawać roztworu kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia preparatu (około 5 ÷ 10 cm<sup>3</sup>). Roztwór umieścić w kolbie aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany zasadowy węglan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte za-

barwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg N

i te same ilości odczynników.

**5.3.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącalnych siarkowodorem ( $\text{Pb}^{2+}$ )**

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

**5.3.7.2. Wykonanie oznaczania.** Do 2,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego dodać 5 cm<sup>3</sup> wody, 8 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i mieszać do zupełnego rozpuszczenia.

Otrzymany roztwór zubożyć roztworem amoniaku wobec papierka lakmusewego i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

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

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

dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $\text{Pb}^{2+}$

i te same ilości odczynników.

**5.3.8. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )**

**5.3.8.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521/02.

**5.3.8.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego zwilżyć 30 cm<sup>3</sup> wody, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521/02.

Badany węglan magnezowy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie a zawierającego w tej samej objętości:

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

dla odczynnika cz. — 0,05 mg  $\text{Fe}^{3+}$

i te same ilości odczynników.

**5.3.9. Oznaczanie zawartości cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ )**

**5.3.9.1. Aparatura**

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam typ SP 90 A seria 2 lub inny spektrofotometr absorpcji atomowej.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

**5.3.9.2. Odczynniki i roztwory**

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

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

c) Kwas azotowy cz.d.a., 0,001N roztwór.



d) Podstawowy roztwór wzorcowy cynku przygotowany przez rozpuszczenie 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) w 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,15) i uzupełnienie wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>. Roztwór podstawowy zawierający w 1 cm<sup>3</sup> 0,001 g Zn<sup>2+</sup> rozcieńczyć 1+990 kwasem azotowym 0,001N.

Otrzymany rozcieńczony roztwór wzorcowy zawiera 1·10<sup>-5</sup> g/cm<sup>3</sup> Zn<sup>2+</sup>.

**5.3.9.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> wprowadzić kolejno: 2 cm<sup>3</sup>, 4 cm<sup>3</sup>, 6 cm<sup>3</sup>, 8 cm<sup>3</sup> oraz 10 cm<sup>3</sup> rozcieńzonego roztworu wzorcowego cynku i uzupełnić objętość roztworów 0,001n roztworem kwasu azotowego do kreski. Otrzymane roztwory zawierają kolejno w g/cm<sup>3</sup> Zn<sup>2+</sup>: 2·10<sup>-7</sup>, 4·10<sup>-7</sup>, 6·10<sup>-7</sup>, 8·10<sup>-7</sup> i 1·10<sup>-6</sup>.

Postępując zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru absorpcji atomowej wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe.

Zmierzyć absorbancję roztworów dla odpowiednich stężeń cynku i z otrzymanych wyników pomiarów wykreślić krzywą wzorcową zależności absorbancji od stężenia cynku.

Przy stosowaniu spektrofotometru absorpcji atomowej Pye Unicam SP 90 A ustalić następujące warunki pomiaru:

przepływ powietrza — 5 l/min,  
przepływ acetyleny — 1,1 l/min,  
długość fali — 213,9 nm,  
szerokość szczeliny — 0,10 mm,  
natężenie prądu lampy — 8 mA,  
wysokość palnika — 8 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową ustalić na optymalne warunki zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

Przy stosowaniu innych spektrofotometrów absorpcji atomowej należy ustalić warunki pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

**5.3.9.4. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego zasadowego węglanu magnezu rozpuścić w 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, odparować do sucha, a następnie rozpuścić w wodzie i uzupełnić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Otrzymany roztwór (A) wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej oraz odczytać absorbancję. Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość cynku w badanym zasadowym węglanie magnezu obliczyć w procentach (X<sub>1</sub>) wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

a — stężenie cynku w badanym roztworze węglanu magnezu odczytane z krzywej wzorcowej,

m<sub>1</sub> — odważka badanego węglanu magnezowego.

### 5.3.10. Oznaczenie zawartości baru (Ba<sup>2+</sup>)

#### 5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

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

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

c) Roztwór wzorcowy chlorku magnezowego, nie zawierającego jonów Ba<sup>2+</sup>, przygotowany w następujący sposób: 8,82 g chlorku magnezowego MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O rozpuścić w wodzie i uzupełnić objętość roztworu do 48 cm<sup>3</sup>.

Do roztworu dodać 8 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego i pozostawić na 18 h.

Następnie roztwór przesączyć. Do przygotowania każdego roztworu porównawczego należy użyć po 18 cm<sup>3</sup> przesącza.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ba<sup>2+</sup> przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ba<sup>2+</sup>.

**5.3.10.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego zasadowego węglanu magnezowego zwilżyć 20 cm<sup>3</sup> wody, ogrzać na łaźni wodnej i dodawać ostrożnie kroplami kwas solny do rozpuszczenia.

Roztwór odparować na łaźni wodnej do sucha, pozostałość rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, przesączyć i do przesącza dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego.

Badany zasadowy węglan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po upływie 2 h w roztworze badanym nie będzie silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie a zawierającego w tej samej objętości 18 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku magnezowego, nie zawierającego jonów Ba<sup>2+</sup>, oraz dla odczynnika cz.d.a. 0,02 mg Ba<sup>2+</sup>.

### 5.3.11. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca<sup>2+</sup>)

#### 5.3.11.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam typ SP 90 A seria 2.

b) Lampa wapniowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy o podłużnym płomieniu.

#### 5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Podstawowy roztwór wzorcowy zawierający jony Ca<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-68/C-04953.

1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 1·10<sup>-3</sup> g/cm<sup>3</sup> Ca<sup>2+</sup>.

b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).

**5.3.11.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> wprowadzić kolejno: 0,05 cm<sup>3</sup>; 0,1 cm<sup>3</sup>; 0,2 cm<sup>3</sup>;

0,4 cm<sup>3</sup> i 0,6 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego Ca<sup>2+</sup>, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Otrzymane roztwory zawierają kolejno w g/cm<sup>3</sup> Ca<sup>2+</sup>: 5,10<sup>-7</sup>; 1·10<sup>-6</sup>; 2·10<sup>-6</sup>; 4·10<sup>-6</sup> i 6·10<sup>-6</sup>. Postępując zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru absorpcji atomowej, wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe. Zmierzyć absorbancję roztworów dla odpowiednich stężeń wapnia i z otrzymanych wyników pomiarów wykreślić krzywą wzorcową zależności absorbancji od stężenia wapnia.

Przy pracy na spektrofotometrze absorpcji atomowej Pye Unicam SP 90 A ustalić następujące warunki pomiaru:

przepływ powietrza	— 5 l/min,
przepływ acetylenu	— 1,5 l/min,
długość fali	— 422,7 nm,
szerokość szczeliny	— 0,08 mm,
natężenie prądu lampy	— 8 mA,
wysokość palnika	— 5 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową należy nastawić na optymalne warunki zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

Przy stosowaniu innych spektrofotometrów absorpcji atomowej należy ustalić warunki pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi danego spektrofotometru.

**5.2.11.4. Wykonanie oznaczenia.** Roztwór (A) pozostały z oznaczenia cynku (5.3.9) rozcieńczyć 10-krotnie i wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy sporządzeniu krzywej wzorcowej i odczytać absorbancję.

Stężenie wapnia w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość wapnia w badanym węglanie magnezu obliczyć w procentach (X<sub>2</sub>) wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100 \cdot 100 \cdot 10}{m_2}$$

w którym:

*a* — stężenie wapnia w badanym roztworze węglanu magnezu odczytane z krzywej wzorcowej,

*m*<sub>2</sub> — odważka badanego węglanu magnezu.

### 5.3.12. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

**5.3.12.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04511 p. 2.4.

**5.3.12.2. Wykonanie oznaczenia.** 2,00 g badanego węglanu magnezowego zasadowego zwilżyć wodą i ostrożnie dodać 3 ÷ 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego do całkowitego rozpuszczenia się preparatu, dopełnić objętość roztworu wodą do 30 cm<sup>3</sup> i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany zasadowy węglan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,004 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,004 mg As

i te same ilości odczynnika.

K O N I E C

Informacje dodatkowe



**INFORMACJE DODATKOWE**

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-09**

a) zaostorzono wymagania na zawartość chlorków dla gatunku cz.,

b) nie uwzględniono oznaczania zawartości glinu dla gatunku cz.d.a.,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości wapnia metodą fotometrii płomieniowej,

d) zmieniono metodę oznaczania zawartości siarczanów.

**3. Normy związane**

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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-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-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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 przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

**4. Zalecenia międzynarodowe.** Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 3263-71 Реактивы. Магний углекислый основной, w stosunku do której norma jest ostrzejsza w zakresie zawartości:

a) siarczanów dla cz.,

b) metali ciężkich dla cz.,

c) żelaza dla cz.d.a.,

d) azotu dla cz.d.a. i cz.

Ponadto wprowadzono oznaczanie zawartości cynku i baru dla gatunku cz.d.a. i wapnia dla gatunku cz.d.a. i cz. oraz wprowadzono oznaczanie zawartości wapnia i cynku metodą spektrofotometrii absorpcji atomowej (metoda różna od PC 3263-71).

**5. Uwagi do wydania II**

a) uaktualniono normy związane,

b) wprowadzono jednostki miar Międzynarodowego Układu Jednostek (SI).