

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79 6191-68
	Odczynniki Azotan bizmutawy zasadowy	
	Zamiast BN-63/6191-68	
	Grupa katalogowa X 51	

1. WSTĘP

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

Azotan bizmutawy zasadowy ma:

- a) wzór ogólny $4\text{BiNO}_3(\text{OH})_2 \cdot \text{BiO}(\text{OH})$,
- b) masę cząsteczkową 1462,14 (1961 r.).

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, w normie ustala się dwa gatunki azotanu bizmutowego zasadowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu bizmutowego zasadowego czystego do analizy:

AZOTAN BIZMUTAWY ZASADOWY cz. d. a. BN-79/6191-68

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan bizmutawy zasadowy powinien mieć postać białego proszku nierozpuszczalnego w wodzie i alkoholu, rozpuszczalnego w kwasach solnym i azotowym.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Azotan bizmutawy zasadowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową.

Masa opakowań netto: 100 g, 250 g i 500 g.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz. d. a.	cz.
a) Trójtlenku bizmutowego (Bi_2O_3), %	79 ÷ 82	79 ÷ 82
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,02
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,05
e) Soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,003	0,01
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,003	0,02
g) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
h) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,03
i) Srebra (Ag^+), %, nie więcej niż	0,002	0,005
j) Magnezu (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
k) Wapnia, sodu i potasu ($\text{Ca}+\text{Na}+\text{K}$), %, nie więcej niż	0,15	0,25
l) Arsenu (As^{3+}), nie więcej niż	0,0005	0,001

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości trójtlenku bizmutowego (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości miedzi (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2h),
oznaczanie zawartości srebra (3.2i),

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
 Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
 dnia 30 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1980 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 26/1979 poz. 119)

- j) oznaczanie zawartości magnezu (3.2j),
 k) oznaczanie zawartości wapnia, sodu i potasu (3.2k),
 l) oznaczanie zawartości arsenu (3.2l).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz. d. a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Ogólna masa średniej pobranej próbki powinna wynosić co najmniej 200 g. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- a) wielkość partii - 500 g;
 b) wielkość próbki pierwotnej - 200 g;
 c) liczbę próbek jednostkowych - wg tabl. 2;

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych	Liczba próbek jednostkowych
w partii	
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

d) wielkość próbki ogólnej - równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości trójtlenku bizmutowego (Bi_2O_3)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz. d. a. (1,4).
 b) Wersenian dwusodowy roztwór 0,05M, przygotowany wg PN-68/C-04950. Miano roztworu należy nastawić wobec fioletu pirokatechinowego na wzorcowy roztwór bizmutu.

c) Wzorcowy roztwór bizmutu - roztwór 0,05M przygotowany w następujący sposób: rozpuścić w kwasie azotowym 10,4500 g bizmutu metalicznego cz. d. a. i rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³.

d) Fiolet pirokatechinowy - wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,4000 g badanego azotanu bizmutowego zasadowego rozpuścić w 2 cm³ kwasu azotowego (w razie potrzeby lekko podgrzać) i rozcieńczyć wodą do objętości 50 cm³. Do roztworu dodać 3 ÷ 4 kropli fioletu pirokatechinowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z niebieskiego na żółte.

Zawartość trójtlenku bizmutowego obliczyć w procentach (X) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01165 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 1,165}{m} \quad (1)$$

w którym:

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

m - odważka badanego azotanu bizmutowego zasadowego, g,

0,01165 - ilość trójtlenku bizmutowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego.

5.3.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz. d. a. (1,4).
 b) Kwas azotowy cz. d. a. (1,15).

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 40,00 g badanego azotanu bizmutowego zasadowego rozpuścić ogrzewając w 50 cm³ kwasu azotowego (1,4) i rozcieńczyć wodą roztwór do 500 cm³.

Roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4, przemyć kwasem azotowym (1,15) rozcieńczonym w stosunku 1:1 i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{40} \quad (2)$$

w którym a - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego azotanu bizmutowego zasadowego rozpuścić przez łagodnie ogrzewanie w 5 cm³ kwasu azotowego cz. d. a. (1,4).

Po oziębieniu rozcieńczyć roztwór wodą do 50 cm³ i wykonać dalej oznaczanie wg PN-68/C-04518.

Badany azotan bizmutawy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz. d. a. - 0,05 mg Cl^- ,
 dla odczynnika cz. - 0,2 mg Cl^- .

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

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz. d. a. (1,19 i 1,12).
 b) Amoniak cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
 c) Węglan sodowy bezwodny cz. d. a.
 d) Chlorek barowy cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
 e) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO₄²⁻.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,50 badanego azotanu bizmutawego zasadowego rozpuścić w 3 cm³ gorącego kwasu solnego (1,19), rozcieńczyć wodą do 130 cm³, dodać 20 cm³ amoniaku i przesączyć po upływie 20 min. 100 cm³ przesączu, w przypadku odczynnika cz. d. a., a 50 cm³ w przypadku odczynnika cz. odparować do sucha z 0,5 g węgla sodowego bezwodnego i przepażyć lekko do odpędzenia soli amonowych. Pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody, zubożyć kwasem solnym (1,12), przesączyć w razie potrzeby, dodać 0,2 cm³ kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do objętości 40 cm³ i dodać 2 cm³ roztworu chlorku barowego.

Badany azotan bizmutawy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po upływie 1 h nie będzie większe niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w następujący sposób: 2 cm³ kwasu solnego (1,19) i 15 cm³ roztworu amoniaku odparować do sucha z 0,50 g węgla sodowego bezwodnego. Pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody, zubożyć kwasem solnym (1,12), przesączyć, dodać 0,2 cm³ kwasu solnego i 2 cm³ roztworu chlorku barowego oraz:

dla odczynnika cz. d. a. - 0,1 mg SO₄²⁻,
dla odczynnika cz. - 0,25 mg SO₄²⁻.

5.3.5. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH₄⁺)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz. d. a. (1,19).
- Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 10-procentowy niezawierający soli amonowych, przygotowany wg PN-68/C-06500.
- Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-68/C-06500.
- Kwas siarkowy cz. d. a. (1,84), roztwory 1+2 i 0,1N.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony NH₄⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NH₄⁺.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 badanego azotanu bizmutawego zasadowego rozpuścić w 2 cm³ gorącego kwasu solnego w kolbie aparatu destylacyjnego i dodać 100 cm³ wody.

Kolbę połączyć przez łapacz kropli z chłodnicą zakończoną przedłużaczem zanurzonym w odbieralniku, zawierającym 5 cm³ 0,1N roztworu kwasu siarkowego i 35 cm³ wody.

Odbieralnik zabezpieczyć od możliwości pochłaniania amoniaku z otoczenia za pomocą płuczki ochronnej zawierającej roztwór kwasu siarkowego (1+2).

Przez rozdzielacz umieszczony w korku kolby destylacyjnej i zamykany korkiem wlać 45 cm³ roztworu wodorotlenku

sodowego, po czym oddestylować z kolby 80 cm³ cieczy do odbieralnika.

Roztwór w odbieralniku uzupełnić wodą do 100 cm³, wymieszać, odmierzyć z niego 50 cm³ do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³, z doszlifowanym korkiem, dodać 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i 2 cm³ odczynnika Nesslera.

Badany azotan bizmutawy zasadowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 2 cm³ wodorotlenku sodowego, 2 cm³ odczynnika Nesslera oraz 50 cm³ roztworu przygotowanego w następujący sposób: do kolby aparatu destylacyjnego wlać 45 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, 2 cm³ kwasu solnego oraz:

dla odczynnika cz. d. a. - 0,03 mg NH₄⁺,
dla odczynnika cz. - 0,01 mg NH₄⁺,
rozcieńczyć wodą do objętości 145 cm³ i dalej postępować tak jak z próbką badaną.

5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe), miedzi (Cu), ołowiu (Pb), srebra (Ag) i magnezu (Mg)

5.3.6.1. Aparatura

- Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji Q-24.
- Generator łuku prądu stałego.
- Mikrofotometr.
- Spektroprojektor.
- Waga torsyjna.

5.3.6.2. Odczynniki i materiały pomocnicze

- Proszek grafitowy spektralnie cz. SU 601.
- Chlorek sodowy spektralnie cz.
- Tlenki żelaza, miedzi, ołowiu, magnezu spektralnie cz. oraz azotan srebra spektralnie cz.
- Tlenek bizmutawy spektralnie cz.
- Wywoływacz ID-2 rozcieńczony przed użyciem wodą w stosunku 1:2.
- Utrwalacz zwykły kwaśny, przygotowany w następujący sposób: rozpuścić kolejno w 500 cm³ wody destylowanej, 400 g tiosiarczanu sodowego i 25 g pirosiarczynu potasowego, uzupełnić objętość roztworu wodą do 1000 cm³ i wymieszać.
- Alkohol etylowy, 96-procentowy roztwór cz. d. a.
- Mieszanka zawierająca 20% proszku grafitowego, 5% chlorku sodowego i 75% tlenku bizmutawego, przygotowana w następujący sposób. Odważyć 4,000 g proszku grafitowego SU 601, 1,000 g chlorku sodowego i 15,000 g tlenku bizmutawego spektralnie cz. Odważki przenieść ilościowo do moździerza agatowego i ucierać z dodatkiem 5 cm³ alkoholu etalowego przez 2 h, następnie wysuszyć w temperaturze 70 ÷ 80°C. Przygotowaną mieszaninę przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu z polietylenu.

i) Elektrody grafitowe spektralnie cz., produkcji CSRS typ SU 316 i SU 202 o średnicy 6 mm (SU 316 o głębokości kraterka 2,5 mm, SU 202 z zakończeniem stożkowym).

j) Płyty fotograficzne Agfa Gevaert 34B50.

5.3.6.3. Przygotowanie próbek wzorcowych. Ze świeżo przeprażonych tlenków metali i azotanu srebra odważyć następujące ilości:

CuO	25 mg	prażony w temperaturze około 600°C
Fe ₂ O ₃	28 mg	prażony w temperaturze około 600°C
PbO	21 mg	prażony w temperaturze około 400°C
MgO	34 mg	prażony w temperaturze około 1000°C
AgNO ₃	$\frac{31}{139}$ mg	

Odważki przenieść ilościowo do moździerza agatowego, rozetrzeć, dodać 1,3610 g tlenku bizmutowego, 0,100 mg chlorku sodowego i 0,400 g proszku grafitowego.

Całość ucierać z dodatkiem 2 cm³ alkoholu etylowego przez 2 h, następnie wysuszyć w temperaturze 70 ÷ 80°C.

Otrzymany wzorec podstawowy zawiera 1% Fe, Cu, Ag, Pb i Mg. Wzorec podstawowy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczynku z polietylenu. Serię rozcieńczonych wzorców roboczych w zakresie stężeń Fe, Cu, Ag, Pb, Mg $1 \cdot 10^{-1}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ % przygotować przez kolejne rozcześnie wzorca podstawowego mieszaniną otrzymaną zgodnie z 5.3.6.2 - wg tabl. 3.

Tablica 3

Nr wzorca	Wzorec wyjściowy o wartości pierwiastków %	Odważka wzorca wyjściowego g	Odważka mieszaniny g	Stężenie pierwiastków w otrzymanym wzorcu %
W-1	1	0,500	4,500	$1 \cdot 10^{-1}$
W-2	$1 \cdot 10^{-1}$	0,500	4,500	$1 \cdot 10^{-2}$
W-3	$1 \cdot 10^{-1}$	0,150	4,850	$3 \cdot 10^{-3}$
W-4	$1 \cdot 10^{-2}$	0,500	4,500	$1 \cdot 10^{-3}$
W-5	$1 \cdot 10^{-3}$	0,500	4,500	$1 \cdot 10^{-4}$

Do podanych w tabl. 3 ilości wzorców i mieszaniny dodać 2 cm³ alkoholu etylowego i ucierać w moździerzu agatowym w ciągu 2 h, wysuszyć w temperaturze 70 ÷ 80°C. Przygotowane wzorce przechowywać w szczelnie zamkniętych naczynkach z polietylenu.

W celu przygotowania krzywej wzorcowej, odważyć po 50 mg wzorców, począwszy od W-5 do W-1 i przenieść ilościowo do kraterków elektrod grafitowych, uprzednio przedpalonych w łukach prądu stałego o natężeniu 6 A w ciągu 15 s. Elektrody z próbkami wzorcowymi przechowywać do momentu wzbudzenia w kasecie z pleksi.

5.3.6.4. Przygotowanie próbki badanej. 3,00 g badanego zasadowego azotanu bizmutowego umieścić w uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej i przepra-

żyć w temperaturze 450°C do uzyskania żółtego tlenku bizmutowego (około 20 min).

Otrzymany tlenek rozetrzeć, a następnie odważyć 0,7500 g i przenieść ilościowo do moździerza agatowego, dodać 0,200 g proszku grafitowego, 0,050 g chlorku sodowego, całość ucierać przez 10 min. 50 mg otrzymanej mieszaniny przenieść ilościowo do kraterka elektrody grafitowej, uprzednio przedpalonej w łuku prądu stałego o natężeniu 6 A w ciągu 15 s.

5.3.6.5. Wykonanie oznaczania. Ekspozować kolejno na jedną płytę fotograficzną widmo próbek badanych i próbek wzorcowych w następujących warunkach:

wzbudzenie - łuk prądu stałego o natężeniu 9 A,
odległość między elektrodami 3 mm,
przesłona pośrednia 3,2 mm,
układ optyczny spektrografu - trójsoczewkowe oświetlenie szczeliny,
szerokość szczeliny 0,015 mm,
osłabiacz trójstopniowy o przepuszczalności 10, 50 i 100%,
czas ekspozycji 50 s,
elektroda dolna (z kraterkiem) anoda (+),
elektroda górna (z zakończeniem stożkowym) katoda (-).
W celu otrzymania dokładniejszych wyników wykonać trzy ekspozycje próbki badanej.

Naświetloną płytę fotograficzną wywołać, czas wywoływania - 4 min. Utrwalić w ciągu 10 min, wyplukać i wysuszyć. W otrzymanych widmach próbek badanych i próbek wzorcowych wyznaczyć następujące linie analityczne:

Fe 271,9025 nm,
Pb 283,3069 nm,
Mg 279,553 nm,
Cu 324,754 nm,
Ag 328,068 nm.

Zmierzyć zaczernienie linii analitycznych przy odpowiednio dobranej przepuszczalności filtra w widmie próbek badanych i próbek wzorcowych.

Z otrzymanych pomiarów zaczernień linii analitycznych dla poszczególnych oznaczanych pierwiastków, wykreślić krzywe analityczne w układzie S, lgc w którym:

S - zaczernienie linii analitycznych poszczególnych pierwiastków w próbkach wzorcowych,
lgc - logarytm stężenia danego pierwiastka w próbkach wzorcowych, %.

Na podstawie średnich zaczernień poszczególnych pierwiastków w próbce badanej, odczytać z odpowiednich krzywych analitycznych stężenie oznaczanych pierwiastków.

Kologarytm otrzymanych wartości stanowi procentowe stężenie poszczególnych oznaczanych pierwiastków w badanym zasadowym azotanie bizmutowym. Błąd standardowy wynosi dla Fe 16%, Mg 13%, Pb dla cz. d. a. 12%, dla cz. 19%, Cu 15%, Ag 9%.

5.3.7. Oznaczane zawartości sodu, potasu i wapnia

5.3.7.1. Aparatura. Fotometr płomieniowy firmy Zeiss, wraz z kompletnym wyposażeniem.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory. Kwas azotowy cz. d. a. (1,4) i 5-procentowy roztwór.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. 1,000 g badanego zasadowego azotanu bizmutawego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, w niewielkiej ilości wody, dodać 3,5 cm³ kwasu azotowego (1,4) i mieszać do całkowitego rozpuszczenia się preparatu.

Uzupełnić objętość roztworu wodą destylowaną do kreski, wymieszać i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 sposobem B, stosując następujące filtry selektywne dla:

- sodu (Na) - 59,
- potasu (K) - 77,
- wapnia (Ca) - 63.

Po rozpyleniu roztworu badanego, rozpylić 5-procentowy roztwór kwasu azotowego w celu przemycia fotometru.

Zawartość sodu (X_2) w badanym zasadowym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{b_1 \cdot 100}{g} \quad (3)$$

w którym:

- b_1 - stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, %.
- g - odważka badanego zasadowego azotanu bizmutawego g (1 g).

Zawartość potasu (X_3) w badanym zasadowym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{b_2 \cdot 100}{g} \quad (4)$$

w którym:

- b_2 - stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, %.
- g - odważka badanego zasadowego azotanu bizmutawego, g (1 g).

Zawartość wapnia (X_4) w badanym zasadowym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{b_3 \cdot 100}{g} \quad (5)$$

- b_3 - stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, %.
- g - odważka badanego tlenku bizmutawego, g (1 g).

5.3.8. Obliczanie sumy zawartości sodu, potasu i wapnia w badanym zasadowym azotanie bizmutawym. Zawartość sodu, potasu i wapnia w badanym zasadowym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach (Y) wg wzoru

$$Y = X_2 + X_3 + X_4 \quad (6)$$

w którym:

- X_2 - zawartość sodu obliczona wg 5.3.7.3,
- X_3 - zawartość potasu obliczona wg 5.3.7.3,
- X_4 - zawartość wapnia obliczona wg 5.3.7.3.

5.3.9. Oznaczanie zawartości arsenu (As^{3+})

5.3.9.1. Aparatura i przyrządy - wg PN-75/C-04511 p. 2.2.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory - wg PN-75/C-04511 p. 2.3.

5.3.9.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej - wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu bizmutawego zasadowego rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego (1,19) i odparować do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego, uzupełnić wodą destylowaną do objętości 40 cm³, dodać 2 cm³ jodku potasowego, 2 cm³ chlorku cynawego i dalej wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

Zawartość arsenu w miligramach w próbce analitycznej odczytać z krzywej wzorcowej.

Oddzielnie należy wykonać ślepe próbę ze wszystkimi odczynniki używanymi w przygotowaniu próbki analitycznej do oznaczania arsenu.

Otrzymaną zawartość arsenu w ślepej próbce należy odjąć od zawartości arsenu w próbce analitycznej.

Dopuszcza się oznaczenie arsenu wg Farmakopei Polskiej IV - metoda II.

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 BN-63/6191-68

- a) wprowadzono spektrograficzną metodę oznaczania zawartości żelaza, miedzi, ołowiu i magnezu oraz metodę fotometrii płomieniowej oznaczania wapnia, sodu i potasu,
- b) zmieniono metodę oznaczania arsenu,
- c) wprowadzono oznaczanie magnezu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywanie próbek
PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

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 przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
Farmakopea Polska IV, T. 1, s. 75. Warszawa 1965

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 4283-73 Реактивы. Визмут азотнокислый основной

5. Symbol wg SWW

cz. d. a. - 1331-11,

cz. - 1331-42.