UKD 546.817' 175-41 SWW dla gat. ch.cz. — 434 dla gat. cz.d.a. — 111 dla gat. cz. — 424

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO

NORMA BRANŻOWA

Odczynniki
Azotan ołowiawy

BN-74
6191-130

Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan ołowiawy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan ołowiawy ma:

a) wzór chemiczny — $Pb(NO_3)_2$,

b) masę cząsteczkową — 331,20.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki azotanu ołowiawego oznaczone:

ch.cz. — chemicznie czysty,

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia azotanu ołowiawego gatunku cz.d.a.:

AZOTAN OŁOWIAWY cz.d.a. BN-74/6191-130

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan ołowiawy powinien mieć postać białych, przeświecających kryształów lub białego krystalicznego proszku łatwo rozpuszczalnego w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu ołowiawego $Pb(NO_3)_2$, % nie mniej niż	99,5	99	98,5
b) pH 5-procentowego roztworu nie mniej niż	3	3	nie normalizuje się
c) Substancji nierozpuszczalnych, %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,02
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
e) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,003
g) Metali alkalicznych (Na+K), %, nie więcej niż	0,02	0,05	0,1
h) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,04

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000, 2000 g.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 200 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 10 października 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie pr dukcji od dnia 1 lipca 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1975 poz. 4)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1975. Wpływ do WN 18.11.74. Oddano do składu 31.12.74. Cena zł 2,40
Druk ukończono w lutym 75. Obj. 0,40 a. w. Nakład 2 700+50 egz. GrZGraf. 42

5.2. Rodzaj i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości azotanu ołowiawego $Pb(NO_3)_2$

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy o pH 6 przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

b) Oranż ksylenolowy wsk., roztwór 0,1-procentowy przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

c) Wersenian dwusodowy cz.d.a. roztwór 0,05 m przygotowany wg PN-68/C-04650 p. 2.5.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 4,000 g badanego azotanu ołowiawego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm^3, rozpuścić w 100 cm^3 wody, dodać 5 cm^3 roztworu buforowego, 1 cm^3 roztworu oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany czerwonofioletowego zabarwienia roztworu na cytrynowożółte.

Zawartość azotanu ołowiawego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X=\frac{V\cdot 0{,}01656\cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego ściśle 0,05m zużyta do miareczkowania, cm^3,

m — odważka badanego azotanu ołowiawego,

0,01656 — ilość azotanu ołowiawego odpowiadająca 1 cm^3 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie pH roztworu. 5,00 g badanego azotanu ołowiawego rozpuścić w 95 cm^3 wody destylowanej nie zawierającej dwutlenku węgla i oznaczyć pH na pehametrze.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Wykonanie oznaczania: 20,00 g badanego azotanu ołowiawego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 400 cm^3, rozpuścić w 200 cm^3 wody, przykryć szkiełkiem zegarkowym i postawić na łaźni wodnej na 1 godz.

Otrzymany roztwór przesączyć przez tygiel do sączenia G4, uprzednio przemyty i wysuszony do stałej masy.

Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm^3 gorącej wody, następnie wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

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

dla odczynnika ch.cz. — 1,0 mg,
dla odczynnika cz.d.a. — 1,0 mg,
dla odczynnika cz. — 4,0 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu ołowiawego rozpuścić w 20 cm^3 wody, następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

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

dla oczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl^-,
dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^-,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{+2})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Dwumetylodwutiokarbaminian sodowy, roztwór 0,1-procentowy.

b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

c) Kwas cytrynowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

d) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

e) Alkohol izoamylowy cz.d.a.

f) Roztwór wzorcowy zawierający Cu^{+2} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10 : 990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cu^{+2}.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu ołowiawego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm^3, rozpuścić w 30 cm^3 wody, dodać 1 cm^3 wersenianu dwusodowego, 2 cm^3 kwasu cytrynowego, rozcieńczyć wodą do 40 cm^3 oraz dodać 7 cm^3 alkoholu izoamylowego i dwa razy po 1 cm^3 dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego.

Wytrząsać przez 1 minutę.

Badany azotan ołowiawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy alkoholu izoamylowego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Cu^{+2},
dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Cu^{+2},
dla odczynnika cz. — 0,01 mg Cu^{+2}

i te same ilości odczynników.

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory przygotowane — wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu ołowiawego rozpuścić w 20 cm^3 wody, do-

dać 1 cm^3 kwasu octowego, 5 cm^3 kwasu askorbinowego, 5 cm^3 roztworu 2,2′-dwupirydylu oraz 15 cm^3 wody, następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.

Badany azotan ołowiawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w ciągu 30 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Fe^{+3},
dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe^{+3},
dla odczynnika cz. — 0,03 mg Fe^{+3}

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości sodu i potasu Na+K. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-68/C-04953.

1,00 g badanego azotanu ołowiawego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3, rozpuścić w wodzie, dopełnić do kreski, dokładnie wymieszać, następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80274

a) wprowadzono gatunek ch.cz.,

b) wprowadzono oznaczanie pH 5-procentowego roztworu,

c) wprowadzono metodę płomieniowo-fotometryczną do oznaczania Na, K, Ca.

Dotychczas obowiązująca PN/C-80274 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1975 r.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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, transport

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

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3265-71 Реактивы. Свинец азотнокислый