

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Azotan magnezowy	6191-142
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan magnezowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan magnezowy ma:

- a) wzór chemiczny: $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$,
- b) masa cząsteczkowa: 256,41.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki azotanu magnezowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu magnezowego czystego do analizy:

AZOTAN MAGNEZOWY cz.d.a. BN-75/6191-142

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan magnezowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, rozpuszczalnych w wodzie, rozplywających się na powietrzu.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 30 września 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1976 poz. 7)

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu magnezowego $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, %, nie mniej niż	99	98
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) pH 5-procentowego roztworu w 20°C, w granicach -	3,9 ÷ 7	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002
g) Soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Baru (Ba^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,01
k) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,05
l) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	nie normalizuje się
m) Metali alkalicznych (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,2	0,4

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub podkładką inną chemicznie odporną.

Masa netto: 250, 500 i 1000 g.

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

5. BADANIA5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości azotanu magnezowego (3.2 a),

- b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 b),
- c) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu w 20°C (3.2 c),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2 d),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2 e),
- f) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2 f),
- g) oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2 g),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2 h),
- i) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2 i),
- j) oznaczanie zawartości baru (3.2 j),
- k) oznaczanie zawartości wapnia (3.2 k),
- l) oznaczanie zawartości arsenu (3.2 l),
- m) oznaczanie zawartości metali alkalicznych (3.2 m).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować PN-70/C-80047. Średnia próbka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 250 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości azotanu magnezowego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek amonowy cz.d.a.
- b) Amoniak cz.d.a., 25-procentowy roztwór wodny.
- c) Wersenian dwusodowy cz.d.a. roztwór 0,05 M przygotowany wg PN-68/C-04950.
- d) Bufor, roztwór o pH=10 przyrządzony wg PN-68/C-04950.
- e) Czerń eriochromowa T mieszanina z chlorkiem sodowym, przygotowana wg PN-68/C-04950.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 5,0000 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do kolby stożkowej pojemności 250 ÷ 300 cm³ pobrać pipetą 25 cm³ roztworu, rozcieńczyć wodą do około 150 cm³, dodać 10 cm³ roztworu buforowego o pH = 10 na każde 100 cm³ cieczy, następnie szczyptę stałej mieszaniny wskaźnika czerni eriochromowej T z chlorkiem sodowym i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia zabarwienia roztworu z czerwonego w niebieski.

Zawartość azotanu magnezowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,01282 \cdot V \cdot 100 \cdot 250}{25 \cdot m} = \frac{12,82 \cdot V}{m}$$

w którym:

0,01282 - ilość azotanu magnezowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego, g,

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

m - odważka badanego azotanu magnezowego, g.

Wykonać co najmniej dwa oznaczenia, różniące się między sobą nie więcej niż 0,2%.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej w zlewce pojemności 250 cm³ przykrytej szkiełkiem zegarkowym i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{50}$$

w którym a - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu azotanu magnezowego. 5,00 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w 100 cm³ świeżo wygotowanej i ochłodzonej wody.

Pomiar należy wykonać w 20°C na pehametrze.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

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 azotanu magnezowego rozpuścić w 40 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 sposób A. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl⁻.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu magnezowego umieścić w parownicy porcelanowej, zwilżyć 1 cm³ kwasu solnego (1,18) i odparować na łaźni wodnej do sucha. Czynność tę należy po-

wtórzyć dwukrotnie, następnie pozostałość rozpuścić w 25 cm³ wody, jeżeli zachodzi potrzeba przesączyć, dodać 0,5 cm³ kwasu solnego, 3 cm³ chlorku barowego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p.2.4.4 sposób B.

Badany azotan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same odczynniki oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg SO₄²⁻,
dla odczynnika cz. - 0,2 mg SO₄²⁻.

5.3.6. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻)

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

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w 15 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04503 p.2.4.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg PO₄³⁻,
dla odczynnika cz. - 0,04 mg PO₄³⁻.

5.3.7. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH₄⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04525 p.2.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w 50 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04525 p.2.3.

Do roztworu porównawczego dodać dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg NH₄⁺.

5.3.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

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

5.3.8.2. Aparatura, przyrządy i materiały - wg PN-75/C-04521/02.

5.3.8.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Krzywą wzorcową sporządzić wg PN-75/C-04521/02 p.6.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego azotanu magnezowego umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, rozpuścić w 20 cm³ wody i 2 cm³ kwasu solnego (1,12). Dalej wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521/02 p.7.

Po 30 min zmierzyć absorbancję roztworu badanego w odniesieniu do roztworu kontrolnego w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej

1 cm przy długości fali $500 \div 540$ nm. Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w mg/cm^3 .

Zawartość żelaza (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{Q \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{Q \cdot 10\,000}{m_1 \cdot 1000} = \frac{Q \cdot 10}{m_1}$$

w którym:

Q - zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm^3 ,
 m_1 - odważka badanego produktu.

Dopuszcza się zakończenie oznaczania metodą wizualną.

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek amonowy cz.d.a.
- b) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy.
- e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przyrządzony wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 1 g chlorku amonowego i wymieszać, następnie dodać 1 cm^3 roztworu winianu sodowo-potasowego, 1 cm^3 wodorotlenku sodowego. Po wymieszaniu roztworów dodać 1,5 cm^3 roztworu tioacetamidu.

Badany azotan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości, te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Pb^{2+} .

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

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ba^{2+} przyrządzony wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+90.

1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Ba^{2+} .

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g azotanu magnezowego umieścić w parownicze porcelanowej, zwilżyć 2 cm^3 kwasu solnego i odpa-

rować na łaźni wodnej do sucha. Czynność tę powtórzyć dwukrotnie, następnie pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody, jeżeli zachodzi potrzeba przesączyć, do przesączu dodać 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego.

Badany azotan magnezowy odpowiada wymaganiom, jeżeli powstałe po 15 min w badanym roztworze zmętnienie nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same odczynniki oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg Ba²⁺,

dla odczynnika cz. - 0,5 mg Ba²⁺.

5.3.11. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca²⁺)

5.3.11.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04953 p.2.4.

5.3.11.2. Wykonanie oznaczania. 2,500 g badanego azotanu magnezowego rozpuścić w 50 cm³ wody, następnie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić do kreski, dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p.2.6.

5.3.12. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

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

5.3.12.2. Aparatura, przyrządy i materiały - wg PN-75/C-04511 p.2.2.

5.3.12.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej - wg PN-75/C-04511 p.2.5.

5.3.12.4. Wykonanie oznaczania arsenu (As) 10,00 g badanego azotanu magnezowego zwilżyć dwukrotnie z 5 cm³ kwasu solnego (1,18) i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej w zlewce pojemności 100 cm³. Roztwór przenieść do aparatu do oznaczania arsenu i dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość arsenu w miligramach w próbce badanej odczytać z krzywej wzorcowej. Oddzielnie należy wykonać próbę kontrolną z wszystkimi odczynniki używanymi do przygotowania próbki badanej do oznaczania arsenu.

Otrzymaną zawartość arsenu w próbce kontrolnej należy odjąć od zawartości arsenu w badanej próbce.

Zawartość arsenu (X₄) w próbce badanej w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{Q_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

Q_1 - zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m_2 - odważka badanego produktu, g.

Dopuszcza się oznaczanie arsenu metodą Gutzeita wg PN-68/C-04511.

5.3.13. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych (w postaci siarczanów)

5.3.13.1. Odczynniki i roztwory

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

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

5.3.13.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego azotanu magnezowego umieścić w parownicze porcelanowej, zwilżyć 2 cm³ kwasu azotowego i odparować do sucha.

Pozostałość przepażyć w temperaturze około 1000°C do całkowitego przejścia w tlenek magnezowy, po oziębieniu splukać 40 cm³ świeżo przegotowanej wody do kolby stożkowej (z doszlifowanym korkiem) pojemności 50 cm³ i wytrząsać przez 15 min.

Po odstaniu przesączyć 25 cm³ roztworu do wyprażonej parowniczkii, odparować do sucha, pozostałość zwilżyć 0,5 cm³ kwasu siarkowego, odparować początkowo na łaźni piaskowej, następnie wyprażyć ostrożnie w piecu rozgrzanym do czerwonego żaru do stałej masy.

Badany azotan magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. - 4 mg,

dla odczynnika cz. - 8 mg.

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 ZN-70/MPCh/F-2029

a) zastrzono wymagania dotyczące odczynnika cz.d.a. i cz. w stosunku do chlorków,

b) wprowadzono oznaczanie pH 5-procentowego roztworu zamiast odczynu,

c) zmieniono metody oznaczania i zawartości metali ciężkich, żelaza, arsenu.

Dotychczas obowiązująca ZN-70/MPCh/F-2029 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1976 r.

3. Normy związane

- PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- 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-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej
- PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Promieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii 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

RWPG PC 3972-73 Магний азотнокислый - norma jest wdrożeniem zalecenia.