UKD 546.87'175-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO

NORMA BRANŻOWA

Odczynniki
Azotan bizmutawy

BN-79
6191-150

Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

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

Azotan bizmutawy ma:

a) wzór chemiczny $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$,

b) masę cząsteczkową 485,061 (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 głównego składnika i zanieczyszczeń, w normie ustala się dwa gatunki azotanu bizmutawego, oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia azotanu bizmutawego czystego do analizy:

AZOTAN BIZMUTAWY cz.d.a. BN-79/6191-150

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Azotan bizmutawy powinien mieć postać bezbarwnego krystalicznego proszku lub niewielkich kryształów rozpuszczalnych w kwasach. W wodzie rozkłada się tworząc sól zasadową.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość trójtlenku bizmutawego (Bi_2O_3), %, nie mniej niż	47,5	47,0

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym, %, nie więcej niż	0,003	0,005
c) Zawartość chlorków (Cl^-), nie więcej niż	0,002	0,005
d) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,02	0,05
e) Zawartość soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,0025	0,005
f) Zawartość żelaza (Fe^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
g) Zawartość miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
h) Zawartość magnezu (Mg^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
i) Zawartość ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,02
j) Zawartość srebra (Ag^+), %, nie więcej niż	0,001	0,01
k) Zawartość wapnia, sodu i potasu (Ca+Na+K), %, nie więcej niż	0,01	0,02
l) Zawartość arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	0,0002

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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

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

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)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1980. Druk. Wyd. Norm. W-wa, Ark. wyd. 1,00 Nakł. 2200+55 Zam. 3183/79 Cena zł 5,40

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.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości trójtlenku bizmutawego (3.2a),

b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (3.2b),

c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),

d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),

e) oznaczanie zawartości soli amonowych (5.3e),

f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),

g) oznaczanie zawartości miedzi (3.2g),

h) oznaczanie zawartości magnezu (3.2h),

i) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2i),

j) oznaczanie zawartości srebra (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 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 ÷ 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 bizmutawego (Bi_2O_3)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór ściśle 0,05N, przygotowany wg PN-68/C-04950.

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,4000 g badanego azotanu bizmutawego rozpuścić w 3 cm^3 kwasu azotowego, rozcieńczyć wodą do objętości około 100 cm^3 i wymieszać. Dodać do roztworu 4÷5 kropli fioletu pirokatechinowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z niebieskiego na żółte.

Zawartość trójtlenku bizmutawego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

V - objętość ściśle 0.05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

m - odważka badanego azotanu bizmutawego, g,

0,01165 - ilość trójtlenku bizmutawego, odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0.05M roztworu wersenianu dwusodowego.

5.3.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory. Kwas azotowy cz.d.a. (1,4 i 1,15).

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 20,00 g badanego azotanu bizmutawego rozpuścić w 50 cm^3 kwasu azotowego. Roztwór ogrzewać przez 20 min na łaźni wodnej i przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4, uprzednio przemyty roztworem kwasu azotowego, wodą, wysuszony do stałej masy w temperaturze 100÷105°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g, przemyć 100 cm^3 kwasu azotowego i 100 cm^3 gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

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

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m} \qquad (2)$$

w którym:

a - masa wysuszonej pozostałości, g,

m - odważka badanego azotanu bizmutawego, 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. 100 g badanego azotanu bizmutawego rozpuścić w 10 cm^3 kwasu azotowego, rozcieńczyć roztwór wodą do objętości 25 cm^3 i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.

Badany azotan bizmutawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja nie będzie inten-

sywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl^-,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl^-.

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

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04519 oraz:

a) Amoniak, 10-procentowy roztwór.

b) α-dwunitrofenol, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g badanego azotanu bizmutawego, rozpuścić w 10 cm^3 kwasu solnego (1,12). Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 80 cm^3, zobojętnić roztworem amoniaku wobec papierka lakmusowego, po czym objętość roztworu uzupełnić wodą do 120 cm^3.

Po upływie 20 min roztwór przesączyć, odrzucając pierwszą porcję przesączu.

Do 20 cm^3 przesączu (=0,5 g) dodać 2÷3 krople roztworu α-dwunitrofenolu i zneutralizować roztworem kwasu solnego, dodając go kroplami aż do odbarwienia się roztworu, uzupełnić roztwór wodą do objętości 46 cm^3 i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany azotan bizmutawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po upływie 1 h nie będzie większe niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO_4^{2-},

dla odczynnika cz. - 0,25 mg SO_4^{2-}.

5.3.5. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy niezawierający soli amonowych, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.36.

c) Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.28.

d) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) 1+2, 0,1N roztwór.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony NH_4^+, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NH_4^+.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu bizmutawego rozpuścić w 5 cm^3 kwasu solnego w kolbie aparatu destylacyjnego i rozcieńczyć wodą do 100 cm^3. Kolbę połączyć przez łapacz kropli z chłodnicą zakończoną przedłużaczem zanurzonym w odbieralniku zawierającym 5 cm^3 0,1N roztworu kwasu siarkowego i 35 cm^3 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 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, po czym oddestylować z kolby 80 cm^3 cieczy do odbieralnika.

Roztwór w odbieralniku uzupełnić wodą do 100 cm^3 i wymieszać.

Do oznaczania pobrać 50 cm^3 roztworu do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm^3 z doszlifowanym korkiem, dodać 2 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego oraz 2 cm^3 odczynnika Nesslera.

Badany azotan bizmutawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości 2 cm^3 wodorotlenku sodowego, 2 cm^3 odczynnika Nesslera oraz 50 cm^3 roztworu przygotowanego w następujący sposób: do kolby aparatu destylacyjnego wlać 45 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, 2 cm^3 kwasu solnego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg NH_4^+,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg NH_4^+,

rozcieńczyć wodą do objętości 145 cm^3 i dalej postępować tak jak z próbką badaną.

5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza, ołowiu, magnezu, miedzi i srebra

5.3.6.1. Aparatura

a) Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji Q-24.

b) Generator łuku prądu stałego.

c) Mikrofotometr nierejestrujący.

d) Spektroprojektor.

5.3.6.2. Odczynniki i materiały pomocnicze

a) Proszek grafitowy spektralnie cz. SU 601.

b) Chlorek sodowy spektralnie cz.

c) Tlenki żelaza miedzi, magnezu, ołowiu spektralnie cz. oraz azotan srebra spektralnie cz.

d) Tlenek bizmutawy spektralnie cz.

e) Wywoływacz ID-2 rozcieńczony przed użyciem wodą w stosunku 1:2.

f) Utrwalacz zwykły kwaśny, przygotowany w następujący sposób: rozpuścić kolejno w 500 cm^3 wody destylowanej, 400 g tiosiarczanu sodowego i 25 g pirosiarczynu potasowego, uzupełnić objętość roztworu wodą do 1000 cm^3 i wymieszać.

g) Alkohol etylowy 96-procentowy roztwór cz.d.a.

h) Mieszanina zawierająca 20% proszku grafitowego, 5% chlorku sodowego i 75% tlenku bizmutowego, przygoto-

wana w następujący sposób: odważyć 4,000 g proszku grafitowego SU 601, 1,000 g chlorku sodowego spektralnie cz. i 15,000 g tlenku bizmutawego spektralnie cz. Odważki przenieść ilościowo do moździerza agatowego i ucierać z dodatkiem 5 cm^3 alkoholu etylowego przez 2 h, następnie wysuszyć w temperaturze 70÷80°C. Przygotowaną mieszaninę przechowywać w szczelnie zamkniętym naczynku 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.

k) Waga torsyjna.

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

CuO 25 mg prażony w temperaturze około 600°C,
Fe_2O_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,
$AgNO_3$ 31 mg
139

Odważki przenieść ilościowo do moździerza agatowego, rozetrzeć, dodać 1,361 g Bi_2O_3 0,100 mg chlorku sodowego i 0,400 g proszku grafitowego. Całość ucierać z dodatkiem 2 cm^3 alkoholu etylowego przez 2 h, następnie wysuszyć w temperaturze 70÷80°C.

Otrzymany wzorzec podstawowy zawiera 1% Fe, Cu, Mg, Pb, Ag.

Wzorzec podstawowy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczynku z polietylenu.

Serię rozcieńczonych wzorców roboczych w zakresie stężeń Fe, Cu, Ag, Pb, Mg $1 \cdot 10^{-1} - 1,10^{-4}$% przygotować przez kolejne rozcieńczenie wzorca podstawowego mieszaniną otrzymaną zgodnie z 5.3.6.2 - wg tabl. 3.

Tablica 3

Nr wzorca	Wzorzec wyjściowy o zawartości 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 cm^3 alkoholu etylowego i ucierać w moździerzu agatowym przez 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 łuku 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. 3,0 g badanego azotanu bizmutawego umieścić w uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej i odparować do sucha na kuchence elektrycznej z regulacją temperatury pokrytej płytą grafitową.

Otrzymaną suchą pozostałość przeprażyć w temperaturze 450°C do uzyskania żółtego tlenku bizmutawego (około 20 min), otrzymany tlenek rozetrzeć, a następnie odważyć 0,7500 g, 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 ciągu 15 s w łuku prądu stałego o natężeniu 6 A.

5.3.6.5. Wykonanie oznaczania. Eksponować 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 należy wykonać trzy ekspozycje próbki badanej.

Naświetloną płytę wywołać, czas wywołania - 4 min. Utrwalić w ciągu 10 min, wypłukać 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 przypuszczalności w widmie próbek badanych oraz 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, %.

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

$$X_2 = \frac{\lg c_1}{2} \qquad (3)$$

w którym:

$\lg c_1$ - logarytm stężenia żelaza odczytany z krzywej wzorcowej, %,

2 - współczynnik przeliczeniowy z tlenku bizmutawego na azotan bizmutawy pięciowodny.

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

$$X_3 = \frac{\lg c_2}{2} \qquad (4)$$

w którym:

$\lg c_2$ - logarytm stężenia ołowiu odczytany z krzywej wzorcowej, %,

2 - współczynnik przeliczeniowy z tlenku bizmutawego na azotan bizmutawy pięciowodny.

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

$$X_4 = \frac{\lg c_3}{2} \qquad (5)$$

w którym:

$\lg c_3$ - logarytm stężenia magnezu odczytany z krzywej wzorcowej, %,

2 - współczynnik przeliczeniowy z tlenku bizmutawego na azotan bizmutawy pięciowodny.

Zawartość miedzi (X_5) w badanym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{\lg c_4}{2} \qquad (6)$$

w którym:

$\lg c_4$ - logarytm stężenia miedzi, odczytany z krzywej wzorcowej, %,

2 - współczynnik przeliczeniowy z tlenku bizmutawego na azotan bizmutawy pięciowodny.

Zawartość srebra (X_6) w badanym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{\lg c_5}{2} \qquad (7)$$

w którym:

$\lg c_5$ - logarytm stężenia srebra, odczytany z krzywej wzorcowej, %,

2 - współczynnik przeliczeniowy z tlenku bizmutawego na azotan bizmutawy pięciowodny.

Błąd standardowy wynosi dla żelaza 16%, magnezu 13%, miedzi 15%, ołowiu 12%, srebra 9% dla preparatu cz.d.a. i 38% dla preparatu cz.

5.3.7. Oznaczanie 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. 5,000 g badanego azotanu bizmutawego rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3, dodać 8 cm^3 kwasu azotowego (1,4) i mieszać do całkowitego rozpuszczenia się białego osadu, po rozpuszczeniu się próbki uzupełnić objętość roztworu wodą destylowaną do kreski, wymieszać i wykonać oznaczanie 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_7) w badanym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{b_1 \cdot 100}{g} \qquad (8)$$

w którym:

b_1 - stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, %,

g - odważka badanego azotanu bizmutawego, g.

Zawartość potasu (X_8) w badanym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{b_2 \cdot 100}{g} \qquad (9)$$

w którym:

b_2 - stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, %,

g - odważka badanego azotanu bizmutawego, g.

Zawartość wapnia (X_9) w badanym azotanie bizmutawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = \frac{b_3 \cdot 100}{g} \qquad (10)$$

w którym:

b_3 - stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, %,

g - odważka badanego azotanu bizmutawego, g.

5.3.7.4. Obliczanie sumy zawartości sodu, potasu i wapnia (Na^+, K^+, Ca^{2+}). Zawartość sodu, potasu i wapnia w badanym azotanie bizmutawym (Y) obliczyć w procentach wg wzoru

$$Y = X_7 + X_8 + X_9 \qquad (11)$$

w którym:

X_7 - zawartość sodu obliczona wg 5.3.7.3,

X_8 - zawartość potasu obliczona wg 5.3.7.3,

X_9 - zawartość wapnia obliczona wg 5.3.7.3.

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

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

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

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

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu bizmutawego rozpuścić w 10 cm^3 kwasu solnego i odparować do sucha, suchą pozostałość rozpuścić w 10 cm^3 kwasu solnego, uzupełnić wodą do objętości 40 cm^3, dodać 2 cm^3 jodku potasowego, 2 cm^3 chlorku cynawego i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

Zawartość arsenu, w miligramach, w próbce badanej, odczytać z krzywej wzorcowej.

Równolegle należy wykonać próbkę kontrolną, zawierającą wszystkie odczynniki, tak jak w próbce badanej.

Dopuszcza się oznaczanie arsenu wg Farmakopei Polskiej IV. T. I.s. 75, metodą II.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Dotychczas obowiązujące normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-69/MPCh/N-1498.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania 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-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Plomieniowo-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

Farmakopea Polska IV. T. 1, s. 75. Warszawa 1965

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 4284-73 **Реактивы. Бисмут** азотнокислый.

5. Symbol wg SWW

SWW cz.d.a. - 1331-11,

SWW cz. - 1331-42.