

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	<b>NORMA BRANŻOWA</b>	<b>BN-78</b>
	<b>Odczynniki</b>	<b>6191-155</b>
	<b>Azotan miedziowy</b>	Grupa katalogowa X 51

**1. WSTĘP**

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest azotan miedziowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan miedziowy ma:

- a) wzór chemiczny:  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę cząsteczkową: 241,60.

**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 ustalono dwa gatunki azotanu miedziowego oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia azotanu miedziowego czystego do analizy:**

AZOTAN MIEDZIOWY cz.d.a. BN-78/6191-155

**3. WYMAGANIA**

**3.1. Wymagania ogólne.** Azotan miedziowy powinien mieć postać niebieskich kryształów rozpuszczalnych w wodzie.

**3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość azotanu miedziowego ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), %, nie mniej niż	99	99
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,005
d) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,02
f) Suma sodu, potasu i wapnia ( $\text{Na}+\text{K}+\text{Ca}$ ), %, nie więcej niż	0,07	0,15

**4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT**

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

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, worki igelitowe umieszczane w beczkach drewnianych.

Masa opakowań netto: 50; 100; 250; 500; 1000; 2000 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 1 grudnia 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1979 poz. 27)

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowanie i ma wymiary zgodne z systemem wymiarowym opakowań.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości azotanu miedziowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie zawartości sumy sodu, potasu i wapnia (3.2f).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii: 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej: 200 g,
- 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 — równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej: 500 g.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Oznaczanie zawartości azotanu miedziowego ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )**

#### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11),
- Jodek potasowy cz.d.a.,
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., 0,1N roztwór,
- Skrobia rozpuszczalna, 0,5-procentowy roztwór.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Około 0,8000 g badanego azotanu miedziowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250  $\text{cm}^3$  i rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody. Do roztworu dodać 5  $\text{cm}^3$  kwasu siarkowego i 3 g jodku potasowego.

Wydzielony jod miareczkować 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2  $\text{cm}^3$  roztworu skrobi.

Zawartość azotanu miedziowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,024160 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,

m — odważka badanego azotanu miedziowego, g,

0,024160 — ilość azotanu miedziowego ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

**5.3.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego azotanu miedziowego rozpuścić ogrzewając w 100  $\text{cm}^3$  wody zakwaszonej 4  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego cz.d.a. (1,15) i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym: m — masa wysuszonej pozostałości, g.

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

**5.3.3.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04518 p. 2.3 oraz roztwór azotanu miedziowego nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 40,00 g badanego azotanu miedziowego rozpuścić w 100  $\text{cm}^3$  wody, dodać 40  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego i 20  $\text{cm}^3$  roztworu azotanu srebra. Uzupełnić objętość roztworu wodą do 500  $\text{cm}^3$ , ogrzać do temperatury 50°C i pozostawić na 12 h. Po upływie tego czasu zdekantować przezroczysty roztwór z nad osadu i do każdego roztworu wzorcowego stosować 25  $\text{cm}^3$  (= 2 g).

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu miedziowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50  $\text{cm}^3$ , rozpuścić w 25  $\text{cm}^3$  wody i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518, p. 2.4, sposób A.

Badany azotan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po 10 min nie będzie silniejsza niż opalizacja powstała w równocześnie przygotowanym roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $\text{Cl}^-$ ,

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

i 25  $\text{cm}^3$  roztworu azotanu miedziowego nie zawierającego chlorków.



### 5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

#### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy i 25-procentowy.

c) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

d) p-nitrofenol — wskaźnik, 0,2-procentowy roztwór.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{SO}_4^{2-}$  przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony w stosunku 10:990.

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

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 4,00 g badanego azotanu miedziowego rozpuścić w 70  $\text{cm}^3$  wody. Roztwór ogrzać do wrzenia i ostrożnie mieszając dodać 30  $\text{cm}^3$  roztworu węglanu sodowego. Po ostudzeniu objętości roztworu uzupełnić wodą do 100  $\text{cm}^3$ , wymieszać i przesączyć przez bezpopiołowy sączek, odrzucając pierwszą porcję przesączu. 25  $\text{cm}^3$  roztworu (1 g) umieścić w kolbie pojemności 100  $\text{cm}^3$ , dodać 2—3 krople roztworu p-nitrofenolu, zobojętnić 10-procentowym roztworem kwasu solnego, rozcieńczyć do objętości 46  $\text{cm}^3$  i dalej wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3, sposób A.

Badany azotan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 15 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie w równocześnie przygotowanym roztworze porównawczym zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

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

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521.02 p. 4 oraz:

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 8N i 2N.

b) Eter dwuizopropylowy lub keton metyloizobutyłowy.

**5.3.5.2. Aparatura, przyrządy i materiały** — wg PN-75/C-04521.02 p. 3.

**5.3.5.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej** — wg PN-75/C-04521.02 p. 6.

Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50  $\text{cm}^3$ : 0,01; 0,02; 0,03; 0,05; 0,1 i 0,15 mg Fe. Każdy z tych roztworów przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100  $\text{cm}^3$ . Do każdego roztworu dodać 0,2  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego i 5  $\text{cm}^3$  chlorowodoru hydroksyloaminy.

Po trzech min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu cytrynowego,

5  $\text{cm}^3$  roztworu 2,2'-dwupirydyli, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Po 30 min przelać roztwór do kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm i zmierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm.

Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydyli.

**5.3.5.4. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego azotanu miedziowego rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego (8N) i przenieść ilościowo do rozdzielacza pojemności 100  $\text{cm}^3$ .

Ekstrahować żelazo trzykrotnie 5  $\text{cm}^3$  porcjami eteru. Reekstrakcję żelaza do warstwy wodnej przeprowadzić dwukrotnie 10  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego (2N). Otrzymany reekstrakt odparować na kuchence elektrycznej do małej objętości (nie doprowadzając do wrzenia), rozcieńczyć wodą do 30  $\text{cm}^3$  i wykonać dalej 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 522 nm.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \quad (3)$$

w którym:

$m$  — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

$m_1$  — odważka badanego azotanu miedziowego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania do roztworu porównawczego należy dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025  $\text{Fe}^{3+}$ ,

dla odczynnika cz. — 0,1  $\text{Fe}^{3+}$ .

**5.3.6. Oznaczanie zawartości sumy sodu, potasu i wapnia ( $\text{Na} + \text{K} + \text{Ca}$ )**

#### 5.3.6.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa sodowa z katodą wnątkową.

c) Lampa potasowa z katodą wnątkową.

d) Lampa wapniowa z katodą wnątkową.

#### 5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Na}^+$ , przygotowany wg PN-68/C-04953, p. 2.4d), rozcieńczony wodą 0,5 ÷ 99,5. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego

roztworu wzorcowego zawiera 5  $\mu\text{g Na}^+$  (0,005 mg  $\text{Na}^+$ ).

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{K}^+$ , przygotowany wg PN-68/C-04953, p. 2.4e), rozcieńczony wodą 0,5+99,5. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 5  $\mu\text{g K}^+$  (0,005 mg  $\text{K}^+$ ).

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Ca}^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-04953, p. 2.4b) rozcieńczony wodą 5+95. 1  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 50  $\mu\text{g Ca}^{2+}$  (0,05 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ).

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

**5.3.6.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu.

Sód należy oznaczać przy długości fali = 589,0 nm, potas przy długości fali = 766,5 nm oraz wapń przy długości fali = 422,7 nm.

Przygotowanie przyrządu do oznaczania należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu.

**5.3.6.4. Wykonanie oznaczania zawartości sodu i potasu ( $\text{Na}^+ + \text{K}^+$ ).** 5,00 g próbki umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50  $\text{cm}^3$ , dodać 1  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (Roztwór A).

Do 4 kolb pomiarowych pojemności 25  $\text{cm}^3$  dodać po 5  $\text{cm}^3$  roztworu A oraz kolejno: 0; 0,5; 1 i 2  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawierającego jony sodu i 0; 0,5; 1 i 2  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawierającego jony potasu. Wszystkie kolby uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie dodatków sodu i potasu wynosi: 0; 0,1; 0,2, 0,4  $\text{g/cm}^3$ . W przygotowanych roztworach zmierzyć absorbancję sodu i potasu.

Zawartość sodu ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{X_3' + X_3'' + X_3'''}{3} \quad (4)$$

w którym:

$$X_3' = \frac{A_0 \cdot c_1 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_1 - A_0) \cdot m_2}$$

$$X_3'' = \frac{A_0 \cdot c_2 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_2 - A_0) \cdot m_2}$$

$$X_3''' = \frac{A_0 \cdot c_3 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_3 - A_0) \cdot m_2}$$

gdzie:

$A_0$  — absorbancja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

$c_1, c_2, c_3$  — stężenie dodatków sodu,  $\mu\text{g/cm}^3$ ,

$A_1, A_2, A_3$  — absorbancja roztworów z dodatkiem sodu o stężeniu  $c_1, c_2, c_3$ ,

$m_2$  — odważka badanego preparatu, g.

Zawartość potasu ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{X_4' + X_4'' + X_4'''}{3} \quad (5)$$

w którym:

$$X_4' = \frac{A_0 \cdot c_1 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_1 - A_0) \cdot m_2}$$

$$X_4'' = \frac{A_0 \cdot c_2 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_2 - A_0) \cdot m_2}$$

$$X_4''' = \frac{A_0 \cdot c_3 \cdot 25 \cdot 10^{-3}}{(A_3 - A_0) \cdot m_2}$$

gdzie:

$A_0$  — absorbancja roztworu próbki bez dodatku wzorca,

$c_1, c_2, c_3$  — stężenie dodatku potasu,  $\mu\text{g/cm}^3$ ,

$A_1, A_2, A_3$  — absorbancja roztworów z dodatkiem potasu o stężeniu  $c_1, c_2, c_3$ ,

$m_2$  — odważka badanego preparatu, g.

**5.3.6.5. Oznaczanie zawartości wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ )**

**5.3.6.6. Sporządzenie krzywej wzorcowej.** Do 4 kolb pomiarowych pojemności 50  $\text{cm}^3$  odmierzyc kolejno: 0,5; 1; 1,5; 2  $\text{cm}^3$  rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie wapnia równe jest odpowiednio: 0,5; 1; 1,5; 2  $\mu\text{g/cm}^3$ .

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

**5.3.6.7. Wykonanie oznaczania.** 5  $\text{cm}^3$  roztworu A pozostałego po oznaczeniu Na i K wg 5.3.6.4 wprowadzić do kolby pomiarowej pojemności 50  $\text{cm}^3$ , uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Zmierzyć absorbancję wapnia oraz obliczyć w procentach zawartość wapnia ( $X_5$ ) wg wzoru

$$X_5 = \frac{C_x \cdot 5 \cdot 10^{-2}}{m_2} \quad (6)$$

w którym:

$C_x$  — ilość wapnia odczytana z krzywej wzorcowej,  $\mu\text{g/cm}^3$ ,

$m$  — odważka badanego preparatu, g.

**5.3.6.8. Zawartość sumy sodu, potasu i wapnia ( $\text{Na} + \text{K} + \text{Ca}$ ) ( $Y$ )** obliczyć w procentach wg wzoru

$$Y = X_3 + X_4 + X_5 \quad (7)$$

KONIEC



**INFORMACJE DODATKOWE**

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

**2. Normy związane**

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

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-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie od-

czynników, roztworów pomocniczych 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

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

**3. Zgodność normy z zaleceniami międzynarodowymi.**

Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG, PC 4878-75 Реактивы. Медь азотнокислая

**4. Symbol wg SWW**

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

**5. Dotychczasowe normy.** Niniejsza norma zastępuje

ZN-59/MPCh/N-889.