

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		<b>BN-77</b> <b>6191-03</b>
	<b>Odczynniki</b> <b>Azotan żelazowy</b>		
			Zamiast BN-63/6191-03
			Grupa katalogowa X 51

**1. WSTĘP**

Przedmiotem normy jest azotan żelazowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan żelazowy ma:

- a) wzór chemiczny  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę cząsteczkową 404,00.

**2. PODZIAŁ I OZNACZENIE**

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki azotanu żelazowego, oznaczone:

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

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

AZOTAN ŻELAZOWY cz.d.a. BN-77/6191-03

**3. WYMAGANIA**

**3.1. Wymagania ogólne.** Azotan żelazowy powinien mieć postać przezroczystych kryształów barwy jasnioletowej, dobrze rozpuszczalnych w wodzie, rozpuszczalnych w alkoholu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Żelaza $\text{Fe}^{3+}$ , %	13,6 ÷ 14,0	13,5 ÷ 14,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie zakwaszonej $\text{HNO}_3$ , % nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), % nie więcej niż	0,0005	0,002
d) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), % nie więcej niż	0,01	0,02
e) Fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), % nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
f) Manganu ( $\text{Mn}^{2+}$ ), % nie więcej niż	0,002	0,02

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
g) Cynku ( $\text{Zn}^{2+}$ ), % nie więcej niż	0,001	0,003
h) Miedzi ( $\text{Cu}^{2+}$ ), % nie więcej niż	0,001	0,002
i) Metali alkalicznych, wapnia i magnezu (jako siarczany), % nie więcej niż	0,05	0,1
j) Arsenu (As), % nie więcej niż	0,00025	0,0005

**4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT**

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętkami z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową  
Masa netto: 250, 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpieczają one produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań.

**5. BADANIA****5.1. Rodzaje badań**

- a) oznaczanie zawartości żelaza (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości fosforanów (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości manganu (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości cynku (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości miedzi (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości metali alkalicznych, wapnia i magnezu (jako siarczany) (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości arsenu (3.2j).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 5 kwietnia 1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1978 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 18/1977 poz. 60)



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 sztuk	Liczbę próbek jednostkowych sztuk
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
ponad 101	10

d) wielkość średnicy próbki laboratoryjnej 450 g.

### 5.3. Opis badań

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

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. 1,15.
- Octan amonowy cz.d.a., roztwór nasycony.
- Kwas octowy cz.d.a., lodowaty.
- Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

e) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05M.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyc 0,5000 g badanego azotanu żelazowego, rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody, dodać 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, następnie do roztworu dodawać kroplami roztworu octanu amonowego do zmiany zabarwienia z żółtego na czerwone (około 5 cm<sup>3</sup> octanu amonowego), 2 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu sulfosalicylowego, ogrzać do temperatury około 70°C i dokładnie mieszając miareczkować na gorąco roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia na czysto żółte (bez odcienia czerwonego).

Zawartość żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ) ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,002792 \cdot 100}{m_1} = \frac{V_1 \cdot 0,2792}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

- $V_1$  — objętość ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- $m_1$  — odważka badanego azotanu żelazowego, g,
- 0,002792 — ilość żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ) odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** Odważyć 60,00 g badanego azotanu żelazowego, rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 1,5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego cz.d.a. (1,4) i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_2$ )

obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- $a_1$  — masa wysuszonej pozostałości, g,  
 $m_1$  — odważka badanego azotanu żelazowego, g.

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

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

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu żelazowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4. Sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ ,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg  $\text{Cl}^-$

oraz 50 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu żelazowego nie zawierającego chlorków.

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

##### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu żelazowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór ogrzać do wrzenia, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku 10-procentowego i wymieszać. Po ostygnięciu uzupełnić wodą do 40 cm<sup>3</sup> objętości i przesączyć.

20 cm<sup>3</sup> przesączu (1 g preparatu) zobojętnić kwasem solnym (1,12) i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3. Sposób A.

Do roztworów porównawczych dodać:

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

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

##### 5.3.5. Oznaczanie zawartości fosforanów ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

##### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04503 p. 2.2.3 lub p. 2.3.2.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu żelazowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór ogrzać do wrzenia, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku 10-procentowego i wymieszać. Po ostygnięciu uzupełnić wodą do 40 cm<sup>3</sup> objętości i przesączyć.

20 cm<sup>3</sup> przesączu (1 g preparatu) zobojętnić kwasem solnym (1,12) i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04503 p. 2.2.4 lub p. 2.3.3.

Do roztworów porównawczych dodać: dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{PO}_4^{3-}$ .

##### 5.3.6. Oznaczanie zawartości manganu ( $\text{Mn}^{2+}$ )

##### 5.3.6.1. Aparatura

- Spektrometr absorpcji atomowej, np. typu Pye Unicam SP90A.
- Lampa manganowa z katodą wnąkową.
- Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

##### 5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy podstawowy przygotować wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.3 1 cm<sup>3</sup> roztworu za-



wiera 0,001 g  $Mn^{2+}$ . Roztwór jest trwały przez 6 miesięcy.

b) Roztwór wzorcowy roboczy przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego wodą w stosunku 1+99. 1 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,01 mg/cm<sup>3</sup>  $Mn^{2+}$ .

Roztwór należy sporządzić bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

**5.3.6.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> odmierzyć kolejno: 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 oraz 10 cm<sup>3</sup> roboczego roztworu wzorcowego manganu, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Otrzymane roztwory zawierają kolejno:  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$  i  $1 \cdot 10^{-6}$  g/cm<sup>3</sup>  $Mn^{2+}$ .

Postępując zgodnie z instrukcją obsługi stosowanego spektrometru absorpcji atomowej, ustalić optymalne warunki pomiaru. Przy użyciu spektrometru Pye Unicam SP90A ustalić następujące warunki pomiaru:

przepływ powietrza 5 l/min,  
przepływ acetylenu 1,4 l/min,  
długość fali 279,5 nm,  
szerokość szczeliny 0,10 mm,  
natężenie prądu lampy 10 mA,  
wysokość palnika 6 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową wybrać optymalnie zgodnie z instrukcją obsługi spektrometru. Wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe. Zmierzyć absorbancję roztworów dla odpowiednich stężeń manganu i z otrzymanych pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbancji od stężenia manganu.

**5.3.6.4. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu żelazowego cz.d.a. lub 0,50 g cz. rozpuścić w wodzie i uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy sporządzeniu krzywej wzorcowej i odczytać absorbancję. Stężenie manganu w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość manganu w badanym azotanie żelazowym ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100 \cdot V_2}{m_3} \quad (2)$$

w którym:

$a_2$  — stężenie manganu w badanym roztworze odczytane z krzywej, g/cm<sup>3</sup>,

$V_2$  — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm<sup>3</sup>,

$m_3$  — odważka badanego azotanu żelazowego, g.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości cynku ( $Zn^{2+}$ )

#### 5.3.7.1. Aparatura

a) Spektrometr absorpcji atomowej, np. typu Pye Unicam SP90A.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

#### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) i 0,001N roztwór

b) Roztwór wzorcowy podstawowy: rozpuścić 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) w 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,15) i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>. 1 cm<sup>3</sup> roztworu zawiera 0,001 g  $Zn^{2+}$ . Roztwór jest trwały przez 6 miesięcy.

c) Roztwór wzorcowy roboczy: przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego 0,001N kwasem azotowym 1+99. 1 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,01 mg/cm<sup>3</sup>  $Zn^{2+}$ . Roztwór należy sporządzić bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

**5.3.7.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> wprowadzić kolejno 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 oraz 10,0 cm<sup>3</sup> roboczego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić 0,001N kwasem azotowym do kreski i wymieszać.

Otrzymane roztwory zawierają kolejno w g/cm<sup>3</sup>  $Zn^{2+}$ :  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$  i  $1 \cdot 10^{-6}$ . Postępując zgodnie z instrukcją obsługi stosowanego spektrometru absorpcji atomowej ustalić optymalne warunki pomiaru. Przy użyciu spektrometru Pye Unicam SP90A ustawić następujące warunki pomiaru:

przepływ powietrza	—	5 l/min,
przepływ acetylenu	—	1,1 l/min,
długość fali	—	213,9 nm,
szerokość szczeliny	—	0,10 mm,
natężenie prądu lampy	—	8 mA,
wysokość palnika	—	8 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową wybrać optymalnie zgodnie z instrukcją obsługi spektrometru.

Wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe. Zmierzyć absorbancję roztworów dla odpowiednich stężeń cynku i z otrzymanych pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbancji od stężenia cynku.

**5.3.7.4. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu żelazowego rozpuścić w wodzie, uzupełnić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy sporządzeniu krzywej wzorcowej i odczytać absorbancję.

Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość cynku w badanym azotanie żelazowym ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot V_3 \cdot 100}{m_4} \quad (3)$$



w którym:

- $d_3$  — stężenie cynku w badanym roztworze odczytane z krzywej, g/cm<sup>3</sup>,
- $V_3$  — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm<sup>3</sup>,
- $m_4$  — odważka badanego azotanu żelazowego, g.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu<sup>2+</sup>)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04538 p. 2.4.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu żelazowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie pobrać pipetą 20 cm<sup>3</sup> (0,2 g) preparatu, dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 1 min, roztwór oziębować i dalej wykonać wg PN-68/C-04538 p. 2.6.2.

Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,002 mg Cu<sup>2+</sup>,
- dla odczynnika cz. — 0,004 mg Cu<sup>2+</sup>.

5.3.9. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych wapnia i magnezu (w postaci siarczanów)

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. 1,11).
- b) Woda destylowana, wolna od kwasu węglowego (CO<sub>2</sub>), przygotowana wg PN-68/C-06500.
- c) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy wolny od kwasu węglowego (CO<sub>2</sub>), przygotowany wg PN-76/C-06501.
- d) Siarczek amonowy cz.d.a. nie zawierający dwutlenku węgla (CO<sub>2</sub>), przygotowany wg PN-76/C-06501.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego azotanu żelazowego rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> wody.

Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku. Po oziębieniu dodać do roztworu 1 cm<sup>3</sup> siarczku amonowego i uzupełnić objętość roztworu wodą do 200 cm<sup>3</sup>. Po wymieszaniu odstawić w celu odstania się wydzielonego osadu, przesączyć 100 cm<sup>3</sup> przesączu i odparować do sucha. Pozostałość wysuszyć w suszarce w temperaturze 100 ÷ 110°C i usunąć sole amonowe przez ostrożne wyprażenie. Po ostudzeniu do pozostałości dodać kroplami kwasu siarkowego, odparować początkowo na łaźni wodnej, a następnie na piaskowej i wyprażyć.

Do pozostałości trzykrotnie dodać 25 cm<sup>3</sup> wody i odparować każdorazowo do sucha. Otrzymaną pozostałość rozpuścić w wodzie ogrzewając i roztwór przesączyć zbierając przesącz do zważonej parownicy kwarcowej lub porcelanowej, odparować ostrożnie i wyprażyć do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_4 \cdot 100}{4} \quad (4)$$

w którym  $a_4$  — masa pozostałości po prażeniu, g.

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

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

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

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu żelazowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511 p. 2.6.

Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg As,
- dla odczynnika cz. — 0,005 mg As.

**BIBLIOTEKA GŁÓWNA**  
Politechniki Warszawskiej

**BN. 001874**

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE



40000000329579

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6191-03

- a) wprowadzono oznaczanie zawartości procentowej w przeliczeniu na żelazo (Fe<sup>3+</sup>),
- b) wprowadzono oznaczanie zawartości fosforanów dla gatunku cz.d.a.,
- c) zmieniono metody oznaczania zawartości procentowej, siarczanów, manganu, cynku i miedzi.

3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości arsenu
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby oznaczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych wartości miedzi

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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 4273-73 Железо III азотнокислое — norma zgodna.