

wyciag 1 09.90  
6/30 p 11  
ob 89/6191-118

6103

UKD 546.56\*131.41

<b>WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO</b>	<b>NORMA BRANŻOWA</b>	<b>BN-73</b> <b>6191-118</b>
	<b>Odczynniki</b> <b>Chlorek miedziowy</b>	
	Grupa katalogowa X 51 <sup>1)</sup>	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek miedziowy uwodniony, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek miedziowy ma:

- a) wzór chemiczny  $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ ,
- b) masę cząsteczkową 170,48 (1967).

1.2. Normy związane

- PN-68/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-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki chlorku miedziowego uwodnionego oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku miedziowego uwodnionego czystego do analizy:

CHLOREK MIEDZIOWY cz.d.a. BN-73/6191-118

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek miedziowy uwodniony powinien mieć postać niebieskozielonych higroskopijnych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu.

1) Symbol wg SWW:  
dla cz.d.a. 1331 - 111,  
dla cz. 1331 - 424.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Chlorku miedziowego uwodnionego $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ , %, nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Substancji nie strącających się siarkowodorem (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,05	0,2
e) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0004	0,005
f) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego lub słoiki z polietylenu lub innego tworzywa sztucznego z nakrętką.

Masa opakowania: 100 g, 250 g, 1000 g.

Na życzenie odbiorcy 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.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczenie zawartości chlorku miedziowego uwodnionego  $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ ,

Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne”  
dnia 29 września 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1974 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 46/1973 poz. 134)

- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,  
 c) oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ),  
 d) oznaczanie zawartości substancji nie strącających się siarkowodorem,  
 e) oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ),  
 f) oznaczanie zawartości arsenu (As).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z FN/C-80047. Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić najmniej 300 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości chlorku miedziowego uwodnionego $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5000 g badanego chlorku miedziowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody w kolbie pojemności 250 cm<sup>3</sup>. Roztwór zakwaszyć 5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, dodać 3 g jodku potasowego, kolbę zakryć i odstawić na 5 min. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość chlorku miedziowego uwodnionego (X) obliczyć, w %, według wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01705 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 0,01705 - ilość chlorku miedziowego uwodnionego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g,  
 m - odważka badanego chlorku miedziowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego chlorku miedziowego uwodnionego rozpuścić w 300 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 1 cm<sup>3</sup> 25-procentowego roztworu kwasu solnego i wykonać oznaczenie wg FN-54/C-04517.

Badany chlorek miedziowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. - 2 mg,  
 dla odczynnika cz. - 4 mg.

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

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory - wg FN-68/C-04519 oraz:

$\alpha$ - lub  $\beta$ -Dwunitrofenol wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy.

Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory: 20- i 1-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego chlorku miedziowego uwodnionego rozpuścić w 80 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 150 cm<sup>3</sup>. Roztwór ogrzewać do wrzenia, dodając 20% roztworu wodorotlenku sodowego do reakcji zasadowej na papierku lakmusowym i odstawić na 30 min. Po ochłodzeniu dopełnić roztwór do 100 cm<sup>3</sup> i przesączyć przez sączek przemyty gorącym 1-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego. 40 cm<sup>3</sup> przesącza (1g badanego chlorku miedziowego) umieścić w zlewce, dodać 2 krople roztworu  $\alpha$ - lub  $\beta$ -Dwunitrofenolu, zobojętnić roztworem kwasu solnego do odbarwienia. Dalej wykonać oznaczenie wg FN-68/C-04519 p. 2.4.3, sposób A.

Badany chlorek miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  
 dla odczynnika cz. - 0,1 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nie strącających się siarkowodorem

##### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83).  
 b) Siarkowodór.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego chlorku miedziowego uwodnionego rozpuścić w 195 cm<sup>3</sup> wody, roztwór zakwaszyć 5 cm<sup>3</sup> kwasu, ogrzać do temperatury 70 ÷ 80°C i wysycić siarkowodorem do całkowitego wytrącenia miedzi. Ciecz pozostawić do odstania na 2 ÷ 3 godz, następnie szybko przesączyć przez fałdowany sączek, przy czym sączek powinien być cały czas wypełniony cieczą, co zapobiega ewentualnemu utlenianiu siarczku miedzi i przejściu na skutek tego miedzi do przesącza. 100 cm<sup>3</sup> przesącza odparować kolejno na łaźni wodnej i piaskowej, następnie wyprażyć lekko bezpośrednio na płomieniu palnika do zaniku dymów kwasu siarkowego. Pozostałość wyprażyć do stałej masy w temperaturze około 600°C.

Badany chlorek miedziowy uwodniony odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonego osadu nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,  
 dla odczynnika cz. - 10 mg.

Odważoną pozostałość zachować do oznaczenia zawartości żelaza.

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

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory wg FN-68/C-04521 p. 2.5.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Wyprażony osad substancji nie strącających się siarkowodorem otrzymany wg 5.2.5, rozpuścić w 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i ogrzać do wrzenia. Po

ochłodzeniu roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 50 cm<sup>3</sup>, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Do oznaczania żelaza w gatunku cz.d.a. odpipetować 20 cm<sup>3</sup> roztworu, do oznaczania żelaza w gatunku cz. odpipetować 2 cm<sup>3</sup> roztworu, uzupełnić wodą do 20 cm<sup>3</sup> i dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu rodanku amonowego.

Badany chlorek miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, 2 cm<sup>3</sup> rodanku amonowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,008 mg Fe<sup>3+</sup>  
dla odczynnika cz. - 0,1 mg Fe<sup>3+</sup>

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511 oraz:

Siarczan żelazawo-amonowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

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

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku miedziowego uwodnionego rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody w zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>. Do roztworu dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, ogrzewać do wrzenia i utrzymać roztwór w stanie wrzenia przez 1÷2 min.

Do gorącego roztworu dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu żelazawo-amonowego i mieszając dodawać roztwór amoniaku do całkowitego rozpuszczenia wytrącającego się osadu zasadowej soli miedzi. Następnie dodać jeszcze 2 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku, roztwór ogrzać do wrzenia, po czym ogrzewać przez 30 min na łaźni wodnej. Gorący roztwór przesączyć przez sączek przemyty 100 cm<sup>3</sup> ciepłej wody z dodatkiem 2 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku. Przesącz odrzucić a osad na sączku i zlewkę przemyć 40 cm<sup>3</sup> ciepłego roztworu kwasu siarkowego. W otrzymanym w ten sposób roztworze wykonać dalej oznaczanie wg PN-68/C-04511.

Badany chlorek miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego po upływie 1,5 godz. wywołane przez roztwór badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,002 mg As,  
dla odczynnika cz. - 0,005 mg As.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-118

#### 1. Istotne zmiany w stosunku do PN-57/C-80088

- dostosowano metody badań do zalecenia normalizacyjnego,
- obniżono zawartość siarczanów i żelaza w gatunku czystym.

Dotychczas obowiązująca PN-57/C-80088 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1974 r.

#### 2. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 2669-70 - norma zgodna.

1. W treści normy zmienia się jednostkę objętości z:  $\text{cm}^3$  na: ml.

2. W punkcie **5.3.5.2**

str. 2, 2-gi wiersz od dołu, zamiast: 5.2.5, powinno być:

**5.3.4.2**

str. 3, 4-ty wiersz od góry zmienia się następująco:

do oznaczania żelaza w gat. cz. odpipetować 20 ml roztworu i dodać 2 ml roztworu rodanku amonowego, a zdanie: uzupełnić wodą do  $20 \text{ cm}^3$  — skreśla się.

(Biuletyn PKNMiJ nr 11-12/85 poz. 104)