wycof 1.09.91
2/91 p 5
ob. 90/6193-40

6101

UKD 54-4:661.847'712

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki Octan cynkowy	BN-73 6193-40 Grupa katalogowa X 51[1])

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest octan cynkowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Octan cynkowy ma:

a) wzór chemiczny: $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$,

b) masę cząsteczkową: 219,49 (1961 r.).

1.2. Normy związane

PN-68/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-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości miedzi

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

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki octanu cynkowego, oznaczane:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia octanu cynkowego czystego do analizy:

OCTAN CYNKOWY cz.d.a. BN-73/6193-40

[1]) Symbole wg SWW: cz.d.a. — 1331-111; cz. — 1331-424.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan cynkowy powinien mieć postać białych, drobnych, łatwo wietrzejących na powietrzu kryształów o słabym zapachu kwasu octowego; jest łatwo rozpuszczalny w wodzie; roztwór wodny ma odczyn alkaliczny wobec papierka lakmusowego.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Octanu cynkowego $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, %, nie mniej niż	99	97
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie mniej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
h) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00005	0,0002
i) Metali alkalicznych i ziem alkalicznych (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,1	0,2
j) Substancji redukujących $KMnO_4$ (jako HCOOH), %, nie więcej niż	0,025	0,05

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Octan cynkowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 15 maja 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 31/1973 poz. 98)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1973. Wpływ do WN 20.7.73. Oddano do składu 4.9.73 Cena zł 2,40
Druk ukończono w styczniu 1974. Obj. 0,50 a. w. Nakład 2600+50 egz. RZG — 1815

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z korkiem zwykłym chronionym folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego; słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową albo folią z innego tworzywa sztucznego; słoiki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego z nakrętką; torby z folii polietylenowej lub z folii z innego tworzywa sztucznego; worki z polietylenu lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 50, 100, 250, 500, 1000, 2500, 5000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że opakowania te zabezpieczają produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i jeżeli wymiary opakowań są zgodne z zasadami stosowanego do nich systemu wymiarowego.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 150 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości octanu cynkowego $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 10, przygotowany wg PN-68/C-04950.

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

c) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3500 g badanego octanu cynkowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³, rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu buforowego, 0,1 g mieszaniny czerni eriochromowej T, 50 cm³ wody i następnie miareczkować powoli roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia zabarwienia czerwonego w niebieskie.

Zawartość octanu cynkowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}010975 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego octanu cynkowego, g,

0,010975 — ilość octanu cynkowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego octanu cynkowego rozpuścić w zlewce w 250 cm³ ciepłej wody i dodać 0,5 cm³ 30-procentowego roztworu kwasu octowego cz.d.a.

Roztwór w zlewce przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez godzinę na wrzącej łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g, szklany tygiel do sączenia nr 4. Pozostałość na tyglu przemyć 150 cm³ gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Przesącz uzupełnić wodą do objętości 500 cm³ (roztwór A) i zachować do oznaczenia zawartości chlorków (5.2.3), siarczanów (5.2.4) i metali alkalicznych (5.2.9).

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,
dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 10 cm³ roztworu A (=1 g badanego octanu cynkowego) rozcieńczyć 5 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu azotanu srebra, wymieszać i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4.5, sposób A.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^-,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^-
i te same ilości odczynników.

5.2.4. Ozaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Chlorku barowego cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-}.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do 10 cm³ roztworu A (=1 g badanego octanu cynkowego) dodać 0,5 cm³ roztworu kwasu solnego i 1 cm³ roztworu chlorku barowego.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opaliza-

cja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO_4^{2-},

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

b) Nadsiarczan amonowy cz.d.a.

c) Alkohol *n*-butylowy cz.d.a.

d) Rodanek amonowy cz.d.a. roztwór w alkoholu *n*-butylowym przygotowany w następujący sposób: 10,00 g rodanku amonowego rozpuścić w 10 cm^3 wody, roztwór ogrzać do temperatury 25 ÷ 30°C następnie dopełnić alkoholem *n*-butylowym do objętości 100 cm^3 i silnie wstrząsać do otrzymania przeźroczystego roztworu.

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu cynkowego rozpuścić w 15 cm^3 wody w cylindrze pojemności 50 cm^3 z doszlifowanym korkiem. Do roztworu dodać 2 cm^3 kwasu solnego, około 0,05 g nadsiarczanu amonowego, 15 cm^3 roztworu rodanku amonowego, dokładnie wstrząsnąć i pozostawić do rozdzielenia się warstw.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe różowe zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy alkoholowej roztworu badanego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+},

dla odczynnika cz. — 0,01 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb^{2+})

5.2.6.1. Odczynniki, roztwory i aparatura

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1n.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+}.

c) Polarograf.

d) Mikrobiureta.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego octanu cynkowego rozpuścić w 100 cm^3 roztworu kwasu solnego, otrzymany roztwór podzielić na dwie równe części. Jedną część roztworu (roztwór I), umieścić w elektrolizerze i wykonać polarogram w przedziałach 0,2 ÷ 0,7.

Do drugiej połowy roztworu (roztwór II) dodać roztwór zawierający:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,25 mg Pb^{2+},

dla odczynnika cz. — 0,5 mg Pb^{2+}

i również wykonać polarogram.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wysokość fali roztworu I nie będzie większa niż różnica między wysokościami fal roztworów II i I.

Dokładne ilości zawartości ołowiu można oznaczyć metodą dodawania wzorca.

Roztwory wzorcowe należy dodawać z mikrobiurety.

5.2.7. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

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

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu cynkowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 w 80 cm^3 wody i dopełnić wodą do kreski.

Następnie pobrać pipetą 10 cm^3 (0,1 g) dla odczynnika cz.d.a. lub 20 cm^3 (0,2 g) dla odczynnika cz., do cylindra miarowego z doszlifowanym korkiem, rozcieńczyć wodą do 30 cm^3 i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04538 p. 2.6.1.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholowej porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Cu^{2+},

dla odczynnika cz. — 0,01 mg Cu^{2+}

i te same ilości odczynników.

5.2.8. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.2.8.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04511 p. 2.3 i 2.4.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego octanu cynkowego rozpuścić w 30 cm^3 wody w kolbie aparatu do oznaczania arsenu i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,001 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,004 mg As

i te same ilości odczynników.

5.2.9. Oznaczanie metali alkalicznych i ziem alkalicznych (jako siarczany)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

c) Siarkowodór z aparatu Kippa.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 20 cm^3 roztworu A (=2 g badanego octanu cynkowego), otrzymanego wg p. 5.2.2 dodać 10 cm^3 roztworu amoniaku i przez roztwór przepuszczać siarkowodór do nasycenia. Następnie roztwór przesączyć do parownicy porcelanowej, uprzednio doprowadzonej do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, i odparować do sucha. Pozostałość w parownicy zwilżyć 0,5 cm^3 kwasu siarkowego i ostrożnie odparować na łaźni piaskowej, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym do stałej masy.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,

dla odczynnika cz. — 4 mg.

5.2.10. Oznaczanie zawartości substancji redukujących $KMnO_4$ (jako HCOOH)

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego octanu cynkowego rozpuścić w 100 cm^3 wody i dodać 5 cm^3 roztworu kwasu siarkowego.

Badany octan cynkowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po dodaniu do roztworu badanego roztworu nadmanganianu potasowego:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,3 cm^3,

dla odczynnika cz. — 0,6 cm^3

różowe zabarwienie nie zniknie w ciągu 15 min.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6193-40

1. Istotne zmiany do ZN-55/MPCh/05-320

a) zaostrzono wymagania na zawartość siarczanów i arsenu dla odczynnika cz.d.a.,

b) zmieniono metody badań na zawartość podstawowego składnika, siarczanu, żelaza, ołowiu i metali alkalicznych,

c) dostosowano wymagania i metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego.

Dotychczas obowiązująca ZN-55/MPCh/05-320 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1974 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 2114-69. Реактивы. Цинк уксуснокислый