

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78 6191-164
	Odczynniki	Zamiast BN-74/6193-49
	Octan ołowiawy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest octan ołowiawy stosowany jako odczynnik w analizie chemicznej.

Octan ołowiawy ma:

a) wzór ogólny: $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$,

b) masę cząsteczkową: 379,35.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki octanu ołowiawego oznaczone:

ch.cz. — chemicznie czysty,

cz.d.a. — czysty do analizy.

2.2. Przykład oznaczenia octanu ołowiawego czystego do analizy:

OCTAN OŁOWIAWY cz.d.a. BN-78/6191-164

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan ołowiawy powinien mieć postać bezbarwnych lub białych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, na powietrzu łatwo wietrzejących.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Octan ołowiawy 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.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000 i 2000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości octanu ołowiawego (3.2a),

b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),

c) oznaczanie zawartości azotanów (3.2c),

d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Octanu ołowiawego $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$, %, nie mniej niż	99,5	99,5	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,0025	0,005	0,01
c) Azotanów (NO_3), %, nie więcej niż	0,002	0,005	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,002
e) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
g) Metali alkalicznych i ziem alkalicznych ($Na+K+Ca$), %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,03

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)

- e) oznaczanie zawartości miedzi (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości metali alkalicznych i ziem alkalicznych (3.2g).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika ch.cz. i 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:

- 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	9
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

d) wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej: 200 g.

5.3. Rodzaje i opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości octanu ołowiawego ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy o pH 6 przygotowany wg PN-68/C-04950, p. 2.4.

b) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05M przygotowany wg PN-68/C-04950, p. 2.4z).

c) Oranż ksilenolowy roztwór 0,1-procentowy (okres trwałości 1 miesiąc).

d) Kwas octowy, roztwór 1M i roztwór 30-procentowy.

e) Octan sodowy cz.d.a.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5000 g badanego octanu ołowiawego rozpuścić w 100 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu buforowego, 0,5 cm³ roztworu oranżu ksilenowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany czerwono-fioletowego zabarwienia roztworu na cytrynowo-żółte.

Zawartość octanu ołowiawego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01897 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego octanu ołowiawego, g,

0,01897 — ilość octanu ołowiawego odpowiadająca 1 cm³ 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 40,00 g badanego octanu ołowiawego umieścić w kolbie stożkowej po pojemności 500 cm³ i rozpuścić w 300 cm³ wody zakwaszonej 2,5 cm³ kwasu octowego lodowatego. Roztwór ogrzewać przez 1 h na wrzącej łaźni wodnej, następnie przesączyć roztwór przez tygiel do sączenia G₄ uprzednio przemyty i wysuszony do stałej masy. Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm³ wody zakwaszonej 0,2 cm³ 30-procentowego roztworu kwasu octowego, następnie wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{40} \quad (2)$$

w którym: m₁ — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości azotanów (NO_3^-)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04509, p. 2.3.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego octanu ołowiawego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w 60 cm³ wody, dodać ostrożnie 2 cm³ kwasu siarkowego stężonego. Objętość roztworu dopełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać i pozostawić do odstania. Z klarownego roztworu pobrać pipetą do kolby stożkowej pojemności 100 cm³ 10 cm³ roztworu (1 g) i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04509, p. 2.5.

Badany octan ołowawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe niebieskie zabarwienie badanego roztworu jest równe lub intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,02 mg NO_3^- ;

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg NO_3^- ;

oraz te same ilości odczynników.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego octanu ołowiawego rozpuścić w 20 cm³ wody, następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518, p. 2.4, sposób A.

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

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Cl^- ;

oraz te same ilości odczynników.

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

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- b) Wata opatrunkowa higroskopijna.
- c) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy, roztwór 0,1-procentowy, świeżo przygotowany.
- d) Dwuetylodwutiokarbaminian ołowiu, 0,025-procentowy roztwór chloroformowy.

W razie braku dwuetylodwutiokarbaminianu ołowiu roztwór przygotować w sposób następujący: 50 cm^3 roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i 1 g winianu sodowo-potasowego umieścić w rozdzielaczu pojemności 1 dm^3 , dodać 50 cm^3 roztworu octanu ołowiu i zobojętnić roztworem amoniaku wobec czerwieni fenolowej.

Roztwór z tworzącym się białym osadem wyeks-trachować 500 cm^3 chloroformu (przy tej czynności powstały osad rozpuści się).

Chloroformowy roztwór przemyć dwa razy, wytrząsając go porcjami wody po 100 cm^3 każda, po czym przesączyć przez tampon waty do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , uzupełnić objętość chloroformem do kreski i wymieszać.

Roztwór przechowywać w butelce ze szkła oranżowego. Trwałość tego roztworu wynosi 1 miesiąc.

- e) Winian sodowo-potasowy cz.d.a.
- f) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- g) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 1M.
- h) Siarczan miedziowy cz.d.a.
- i) Octan ołowiu cz.d.a., roztwór 0,4-procentowy.

j) Alkohol etylowy.

k) Czerwień fenolowa, 0,1-procentowy wodno-alkoholowy roztwór przygotowany wg PN-76/C-06501.

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

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego octanu ołowiu umieścić w cylindrze pomiarowym ze szlifem pojemności 50 cm^3 , dodać 25 cm^3 wody, 1 cm^3 kwasu octowego i mieszać do rozpuszczenia. Po czym dodać 10 cm^3 roztworu

dwuetylodwutiokarbaminianu ołowiu, energicznie wytrząsać przez 2 min i pozostawić do całkowitego rozdzielania się warstw. Badany octan ołowiu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy chloroformowej nie będzie intensywniejsze od zabarwienia warstwy chloroformowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,0025 mg Cu^{2+} ,
 - dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg Cu^{2+} ,
 - dla odczynnika cz. — 0,005 mg Cu^{2+} ;
- oraz 1 cm^3 kwasu octowego, 10 cm^3 roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu ołowiu.

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

5.3.6.1. Aparatura i przyrządy

- a) Fotokolorymetr.
- b) Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 50 mm.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.
- b) Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 16-procentowy.
- d) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 12-procentowy.
- e) Octan sodowy cz.d.a.
- f) o-Fenantrolina.
- g) Roztwór buforowy o pH 5 przygotowany w następujący sposób: 38,00 g octanu sodowego rozpuścić w wodzie, uzupełnić roztwór wodą do objętości 1 dm^3 i wymieszać.
- h) Odczynnik do oznaczania żelaza przygotowany w sposób następujący: do 200 cm^3 wody dodać 100 cm^3 roztworu buforowego, 10,00 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 0,3 g o-fenantroliny. Roztwór przechowywać w ciemnym miejscu w butelce na szlif.

i) 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+} .

5.3.6.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 20 cm^3 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,04; 0,050 mg Fe^{3+} . Każdy z tych roztworów umieścić w zlewce pojemności 100 cm^3 .

Równocześnie przygotować roztwór kontrolny nie zawierający żelaza. Do każdego roztworu dodać po 0,1 cm^3 roztworu kwasu octowego i 5 cm^3 odczynnika do oznaczania żelaza. Roztwory umieścić na 10 min na wrzącej łaźni wodnej, po czym ostudzić. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 50 cm^3 , uzupełnić objętość roztworów do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych w odniesieniu do

roztworu kontrolnego w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 50 mm, stosując zielony filtr o długości fali $500 \div 540$ nm. Od wielkości absorbancji roztworów wzorcowych odjąć wielkość absorbancji roztworu kontrolnego.

Z otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową, odznaczając na osi odciętych ilości żelaza w miligramach zawarte w roztworach wzorcowych, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

Do wyznaczenia każdego punktu krzywej wzorcowej należy obliczyć wielkość absorbancji z trzech równoległych oznaczeń.

Krzywa wzorcową powinna być linią prostą przechodzącą przez początek współrzędnych wykresu.

5.3.6.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego octanu ołowiawego umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, rozpuścić w 20 cm³ wody, zakwasić 1 cm³ roztworu kwasu octowego. Do roztworu dodać 10 cm³ odczynnika do oznaczania żelaza i umieścić na 10 min na wrzącej łaźni wodnej.

Ochłodzony roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski, wymieszać i zmierzyć absorbancję roztworu na fotometrze, tak jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej.

Badany octan ołowiaowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zawartość żelaza będzie nie większa niż:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg Fe³⁺.

Dopuszcza się wizualne zakończenie oznaczania.

5.3.7. Oznaczanie zawartości sodu, potasu, wapnia (Na⁺ + K⁺ + Ca²⁺)

5.3.7.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy sodu przygotowany wg PN-68/C-04953, p. 2.4d). 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,001 g Na⁺.

b) Roztwór wzorcowy potasu przygotowany wg PN-68/C-04953, p. 2.4c). 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,001 g K⁺.

c) Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany wg PN-68/C-04953, p. 2.4b). 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,001 g Ca²⁺.

d) Rozcieńczony roztwór wzorcowy zawierający jony sodu, potasu i wapnia przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno po 10 cm³ roz-

tworów wzorcowych sodu, potasu i wapnia o stężeniu 0,001 g/cm³, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

e) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego octanu ołowiawego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³, dodać 1,5 cm³ kwasu octowego, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Do 4 kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ wprowadzić po 5 cm³ roztworu A oraz kolejno 0; 1; 2; 3 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawierającego jony sodu, potasu, wapnia (Na⁺, K⁺ i Ca²⁺) przygotowanego wg 5.3.7.2d). Zawartość wszystkich kolb uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenia dodatków sodu, potasu i wapnia wynoszą odpowiednio 0; 2; 4; 6, µg/cm³. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

Procentową zawartość sodu, potasu i wapnia obliczyć wg dalej podanych wzorów.

Zawartość sodu (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{A_0 \cdot c_1 \cdot 5 \cdot 10^{-2}}{(A_1 - A_0) m} \quad (3)$$

Procentową zawartość potasu (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{A_0 \cdot c_2 \cdot 5 \cdot 10^{-2}}{(A_2 - A_0) m} \quad (4)$$

Procentową zawartość wapnia (X₄) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{A_0 \cdot c_3 \cdot 5 \cdot 10^{-2}}{(A_3 - A_0) m} \quad (5)$$

w których:

A₀ — wartość wychylenia galwanometru dla roztworu próbki bez dodatku wzorca,

A₁, A₂, A₃ — wartość wychylenia galwanometru dla roztworu próbki z dodatkiem wzorca,

c₁, c₂, c₃ — stężenie dodatku wzorca w µg/cm³,

m — odważka badanego octanu ołowiawego, g.

Za wynik przyjąć sumę zawartości sodu, potasu i wapnia (X₅) obliczoną w procentach wg wzoru

$$X_5 = X_2 + X_3 + X_4 \quad (6)$$

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6193-49

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,
- b) zastrzono wymagania dotyczące zawartości substancji podstawowej dla gatunku cz.d.a.,
- c) zmieniono metody oznaczania zawartości miedzi, żelaza i metali alkalicznych.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą kalorymetryczną

PN-68/C-04513 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków 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-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

PN-76/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

4. Normy międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem normy RWPG CT-233-76 Реактивы. Свинец уксуснокислый

5. Symbol wg SWW

ch.cz. — 1331-43,

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.