

333997

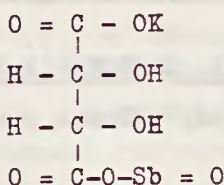
| | | |
|------------|----------------------------|----------------------------|
| ODCZYNNIKI | NORMA BRANŻOWA | BN-65 |
| | Odczynniki | 6191-47 |
| | Winian antymonylo-potasowy | Zamiast RN-60/MPCh-1887 |
| | | Grupa katalogowa X 51 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest winian antymonylo-potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Winian antymonylo-potasowy ma:

a) wzór chemiczny: $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O$,

b) wzór budowy:



c) ciężar cząsteczkowy: 324,94,

d) inna nazwa: emetyk.

1.2. Gatunki. W zależności od ilości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki winianu antymonylo-potasowego oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia winianu antymonylo-potasowego czystego do analizy:

WINIAN ANTYMONYLO-POTASOWY cz.d.a. BN-65/6191-47

1.3. Normy związane

- PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Winian antymonylo-potasowy powinien mieć postać bezbarwnych lub lekko kremowych kryształów albo białego proszku rozpuszczalnego w wodzie i prawie nierozpuszczalnego w alkoholu.



Polskie Odczynniki Chemiczne
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 23 października 1965 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1966 r.
 (Mon. Pol. nr 3/1966 poz. 24)

2.2. Wymagania szczegółowe

| Wymagania | Gatunki | |
|--|-----------|---------------------|
| | cz.d.a. | cz. |
| a) Tożsamość | wg 4.2.1 | |
| b) Wilgoci, %, najwyżej | 0,1 | nie normalizuje się |
| c) Winianu antymonylo-potasowego $[K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot \frac{1}{2}H_2O]$, %, co najmniej | 99,9 | 98 |
| d) pH | 4,0 ÷ 4,1 | nie normalizuje się |
| e) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| f) Chlorków (Cl ⁻), %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| g) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %, najwyżej | 0,01 | 0,03 |
| h) Metali ciężkich (Pb ²⁺) %, najwyżej | 0,0005 | 0,001 |
| i) Arsenu (As), %, najwyżej | 0,0008 | 0,002 |

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Winian antymonylo-potasowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego.

Masa netto:

gat. cz.d.a. - 100, 250 i 500 g,

gat. cz. - 250, 500, 1000, 2000 i 5000 g.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 200 g.

4.2. Rodzaje badań4.2.1. Sprawdzenie tożsamości4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda wapienna.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

c) Siarczek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

4.2.1.2. Wykonanie sprawdzenia

a) 1 g winianu antymonylo-potasowego rozpuścić w 20 ml wody. Do 5 ml otrzymanego roztworu dodać kilka kropli wody wapiennej. Powstaje biały osad rozpuszczalny w kwasie octowym.

b) Do 15 ml roztworu pozostałego z oznaczania wg a) dodać kilka kropli kwasu solnego. Powstaje biały osad rozpuszczalny w nadmiarze kwasu. Do roztworu zawierającego nadmiar kwasu solnego dodać kilka kropli roztworu siarczku potasowego. Powstaje pomarańczowy osad.

c) Osad z oznaczania wg b) odsączyć. Przesącz odparować do sucha, a pozostałość po odparowaniu wyprażyć. Popiół wprowadzić na pręciku platynowym do płomienia palnika. Płomień zabarwia się na kolor fioletowy.

4.2.2. Oznaczanie zawartości wilgoci. 5 g badanego winianu antymonylo-potasowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g suszyć do stałej masy w temperaturze 100°C przez 1 godz.

Zawartość wilgoci (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{G - G_1}{G} \cdot 100$$

w którym:

G - odważka badanego winianu antymonylo-potasowego przed wysuszeniem, g,
 G₁ - odważka badanego winianu antymonylo-potasowego po wysuszeniu, g.
 Wysuszoną próbkę zachować do oznaczania wg 4.2.3.

4.2.3. Oznaczanie zawartości winianu antymonylo-potasowego

4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Winian sodowo-potasowy cz.d.a.
- b) Kwaśny węglan sodowy cz.d.a.
- c) Jod cz.d.a., roztwór 0,1n w jodku potasowym cz.d.a.
- d) Skrobia cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.

4.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 0,5 g wysuszonego winianu antymonylo-potasowego z oznaczania wg 4.2.2, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 50 ml wody, dodać 5 g winianu sodowo-potasowego i 2 g kwaśnego węglanu sodowego. Do roztworu dodać 0,5 ml roztworu skrobi i miareczkować roztworem jodu do trwałego niebieskiego zabarwienia.

Zawartość winianu antymonylo-potasowego (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,01625 \cdot 100}{G} = \frac{V \cdot 1,625}{G}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu jodu zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,
 G - odważka badanego winianu antymonylo-potasowego, g,
 0,01625 - ilość winianu antymonylo-potasowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu jodu, g.

4.2.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20 g badanego winianu antymonylo-potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 400 ml gorącej wody w zlewce pojemności 500 ml. Roztwór w zlewce przykrytej szkiełkiem zegarkowym ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej, a następnie przesączyć przez szklany tygiel do sączenia nr 4. Osad w tyglu przemyć kilkakrotnie gorącą wodą, tygiel wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105 ÷ 110°C.

Badany winian antymonylo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. - 1 mg,
- dla odczynnika cz. - 2 mg.

Przesącz wraz z wodami z przemycia zebrać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić wodą do kreski i zachować do dalszych oznaczeń (roztwór A) wg 4.2.6 i 4.2.7.

4.2.6. Oznaczanie zawartości chlorków

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl⁻, przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl⁻.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 20 ml (0,8 g) roztworu A pozostałego z oznaczania substancji nierozpuszczalnej w wodzie wg 4.2.5 rozcieńczyć wodą do objętości 30 ml, dodać 1 ml kwasu octowego, 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badany winian antymonylo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po 5 min nie będzie silniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 1 ml kwasu octowego, 1 ml roztworu azotanu srebra oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,08 mg Cl^- .

4.2.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do 250 ml (10 g) roztworu A pozostałego z oznaczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie wg 4.2.5 dodać 5 ml kwasu octowego, ogrzać do wrzenia i dodać 2 ml gorącego roztworu chlorku barowego. Roztwór postawić na 18 ± 20 godz, następnie odsączyć wydzielony osad przez uprzednio wyprażony i zważony tygiel kwarcowy z dnem porowatym lub przez twardy sącdek ilościowy, przemyć wodą do zaniku reakcji na jony Cl^- w przesączu, wysuszyć i wyprażyć w temperaturze około 500°C do stałej masy.

Badany winian antymonylo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

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

dla odczynnika cz. - 7,3 mg.

4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

b) Cyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

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

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przyrządzony wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego winianu antymonylo-potasowego odważonego z dokładnością do 0,1 g rozpuścić w 42 ml wody. Do roztworu dodać 7 ml roztworu wodorotlenku potasowego, 1 ml roztworu cyjanku potasowego, wymieszać i dodać 2 krople roztworu siarczku sodowego.

Badany winian antymonylo-potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości: 1 g badanego winianu antymonylo-potasowego, 42 ml wody, 7 ml roztworu wodorotlenku potasowego, 1 ml roztworu cyjanku potasowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,01 mg Pb^{2+} ,

i 2 krople roztworu siarczku sodowego.

4.2.9. Oznaczanie zawartości arsenu

4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

b) Chlorek cynawy cz.d.a., roztwór w kwasie solnym przygotowany w następujący sposób: 330 g chlorku cynawego rozpuścić w 120 ml kwasu solnego. Otrzymany roztwór rozcieńczyć wodą do 1000 ml.

c) Roztwór wzorcowy zawierający As, przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg As.

4.2.9.2. Wykonanie oznaczenia. 1 g badanego winianu antymonylo-potasowego odważonego z dokładnością do 0,01 g dla odczynnika cz.d.a. i 0,5 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 26 ml roztworu kwasu solnego w kolbie destylacyjnej pojemności 500 ml. Do roztworu dodać 0,1 ml roztworu chlorku cynawego. Kolbę zamknąć deflegmatorem z wypełnieniem szklanym wysokości 20 ÷ 25 mm i oddestylować do cylindra pomiarowego 20 ml cieczy. Kolbę destylacyjną opróżnić, wymyć razem z deflegmatorem kwasem solnym i wodą, przelać do niej destylat, dodać 2 krople roztworu chlorku cynawego i ponownie oddestylować 16 ml cieczy. Do destylatu dodać 2 krople roztworu chlorku cynawego, przenieść go do kolby stożkowej aparatu do oznaczania arsenu i wykonać oznaczenie wg PN/C-04511.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,008 mg As,

dla odczynnika cz. - 0,01 mg As.

K O N I E C

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
Politechniki Warszawskiej

BN. 001876



400000000323308