

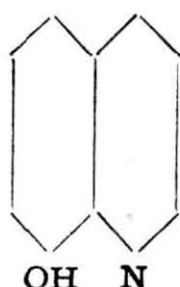
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76 6193-75
	Odczynniki 8-oksychinolina	
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest 8-oksychinolina stosowana jako odczynnik chemiczny.

8-oksychinolina ma:

- a) wzór chemiczny C_9H_7NO ,
- b) wzór budowy



- c) masę cząsteczkową 145,16.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki 8-oksychinoliny oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia 8-oksychinoliny czystej do analizy:

8-OKSYCHINOLINA cz.d.a. BN-76/6193-75

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 8-oksychinolina powinna mieć postać żółtawego drobnokrystalicznego proszku albo żółtych kryształów prawie nierozpuszczalnych w wodzie, rozpuszczalnych w alkoholu etylowym i kwasie octowym.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość 8-oksychinoliny (C_9H_7NO), %, nie mniej niż	99,5	99
b) Temperatura topnienia, °C, w granicach	73 ÷ 75	72,5 ÷ 75
c) Pozostałości po prażeniu, %, (jako siarczany), nie więcej niż	0,05	0,1
d) Chlorków (Cl), %, nie więcej niż	0,001	0,01
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,02
f) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	wg p. 5.3.6	
g) Rozpuszczalność w kwasie octowym	wg p. 5.3.7	
h) Czułość 8-oksychinoliny jako odczynnika do mikroanalizy	wg p. 5.3.8	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

8-oksychinolinę należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania — słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

Masa opakowania netto: 25, 100, 250 i 500 g.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego

POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE

dnia 23 stycznia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji

od dnia 1 października 1976 r. (Dz. Norm. i Miar nr 11/1976 poz. 39)

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaj badań

- a) oznaczanie zawartości 8-oksychinoliny (3.2a),
- b) oznaczanie temperatury topnienia (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- f) oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2f),
- g) oznaczanie rozpuszczalności w kwasie octowym (3.2g),
- h) oznaczanie czułości (3.2h).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić najmniej 40 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości 8-oksychinoliny (C_9H_7NO)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,5000 badanej 8-oksychinoliny umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 25 cm³ alkoholu etylowego. Następnie dodać z biurety 35 cm³ roztworu siarczanu cynkowego (0,05 M), dokładnie wymieszać i dodać 15 cm³ roztworu buforowego o pH 10.

Ponownie wymieszać i przesączyć przez twardy sączek z bibuły, po czym osad na sączku przemyć dokładnie wodą. Wodę z przemycia połączyć z przesączem, dodać 0,1 g czerni eriochromowej T i nadmiar roztworu siarczanu cynkowego odmiareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany barwy z czerwono-fioletowej na niebieską.

Zawartość 8-oksychinoliny obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,014515 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,05 M roztworu siarczanu cynkowego zużytego w nadmiarze, cm³,
- V_1 — objętość ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m — odważka badanej 8-oksychinoliny, g,

0,014515 — ilość 8-oksychinoliny odpowiadająca ściśle 1 cm³ 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN-70/C-04956.

5.3.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany). 2,00 g badanej 8-oksychinoliny umieścić w wyprażonym do stałej wagi i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym. Zadać 1 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1—84). Zawartość tygla ogrzewać ostrożnie do odpędzenia dymów kwasu siarkowego, następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze około 700°C od stałej masy.

Pozostałość po prażeniu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- a — masa wyprażonej pozostałości, g,
- m_1 — odważka badanej 8-oksychinoliny, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 oraz 8-oksychinolina nie zawierająca chlorków.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanej 8-oksychinoliny rozpuścić w 25 cm³ wody i 2 cm³ kwasu azotowego. Roztwór w razie potrzeby przesączyć przez sączek z bibuły, uprzednio dokładnie przemyty gorącą wodą, i dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra.

Badana 8-oksychinolina 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:

- 0,005 mg Cl^- — dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,05 mg Cl^- — dla odczynnika cz.,

te same ilości odczynnika oraz 0,5 g 8-oksychinoliny niezawierającej chlorków.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

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

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanej 8-oksychinoliny rozpuścić w 30 cm³ wody i 2 cm³ kwasu solnego. Wymieszać i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.2.

Badana 8-oksychinolina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 30 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

0,1 mg SO_4^{2-} — dla odczynnika cz.d.a.,
 0,2 mg SO_4^{2-} — dla odczynnika cz.
 oraz te same ilości odczynnika.

5.3.6. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,5 g badanej 8-oksychinoliny rozpuścić w 25 cm³ alkoholu etylowego rektyfikowanego 96-procentowego.

Roztwór oglądany w świetle przechodzącym i odbitym powinien być przezroczysty.

5.3.7. Oznaczanie rozpuszczalności w kwasie octowym 1,25 g badanej 8-oksychinoliny rozpuścić w 25 cm³ 30-procentowego roztworu kwasu octowego cz.d.a.

Roztwór oglądany w świetle przechodzącym i odbitym powinien być przezroczysty.

5.3.8. Oznaczanie czułości 8-oksychinoliny jako odczynnika do mikroanalizy

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy cz.d.a. (1,04) i roztwór 2 N.
- b) Wanadynian amonowy cz.d.a, roztwór 0,2-procentowy.
- c) Chloroform cz.d.a.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanej 8-oksychinoliny rozpuścić w 4 cm³ kwasu octowego 1,04. Roztwór rozpuścić wodą do objętości 20 cm³.

0,2 cm³ roztworu wanadynianu amonowego zakwasić 2 kroplami 2 N roztworu kwasu octowego, dodać 0,2 cm³ roztworu badanej 8-oksychinoliny oraz 1 cm³ chloroformu.

Po wyklóceniu i rozdzieleniu się warstw, warstwa chloroformowa powinna zabarwić się na czerwono lub brunatnofioletowo.

Dla porównania zabarwienia należy wykonać ślepą próbę biorąc do oznaczania te same ilości odczynników, bez wanadynianu amonu.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę. Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE w Gliwicach.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-53/MPCh/BP-110
 a) wprowadzono oznaczanie zawartości chlorków i siarczanów,

b) zmieniono metodę oznaczania zawartości procentowej podstawowego składnika.

Dotychczas obowiązująca norma ZN-53/MPCh/EP-110 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1976 r.

3. Normy związane

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna oznaczenie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04119 Analiza chemiczna oznaczania małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobieranie próbek i przygotowywania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3978-73. Реактивы. 8-ОКСИХИНОЛИН