

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki Octan miedziowy	6191-75
		Zamiast ZN-59/MPCh/N-867
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

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

Octan miedziowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$,
b) masa cząsteczkowa 199,65(1961 r.).

1.2. Normy związane

PN-54/C-045517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz 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. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki octanu miedziowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia octanu miedziowego czystego do analizy:

OCTAN MIEDZIOWY cz.d.a. BN-69/6191-75

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan miedziowy powinien mieć postać ciemnozielonych kryształów, ulegających zwiędnięciu na powietrzu, powoli rozpuszczających się na powietrzu.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Octanu miedziowego $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, %, co najmniej	99	97
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,01	0,02

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
c) Substancji nierozpuszczalnych w amoniaku, %, nie więcej niż	0,01	0,02
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,003
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,05
h) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,028	0,056
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
h) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005
i) Metali niestrącalnych siarkowodoru (jako SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,1	0,2

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Octan miedziowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania - słoiki szklane z nakrętką (z podkładką polietylenową).

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 400 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Sprawdzenie tożsamości. Niewielką ilość octanu miedziowego zwilżyć kwasem siarkowym - powinien wydzielać się zapach kwasu octowego. Następnie 0,2 g octanu miedziowego rozpuścić w 5 ml wody i do roztworu dodać 2 ÷ 3 kropli amoniaku - powinien wydzielić się niebieski osad rozpuszczający się w nadmiarze amoniaku, dając roztwór przezroczysty, zabarwiony na kolor lazuruowy.

5.2.2. Oznaczanie zawartości octanu miedziowego**5.2.2.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,100).

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Naczelnego Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 31 stycznia 1969 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1969 r. (Mon. Pol. nr 14/1969 poz. 110)

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

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5000 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 50 ml wody i zakwaszyć 5 ml kwasu siarkowego. Następnie dodać do roztworu 3 g jodku potasowego i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając roztworu skrobi w końcu miareczkowania.

Zawartość octanu miedziowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,019\,965 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
- m - odważka badanego octanu miedziowego, g,
- 0,019 965 - ilość octanu miedziowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n tiosiarczanu sodowego, g.

5.2.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 10,00 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 200 ml wody zakwaszonej 2 ml kwasu octowego (1,04) i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

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

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

5.2.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w amoniaku. 10,00 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 100 ml amoniaku (0,96) i przesączyć przez uprzednio zważony szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość w tyglu przemyć wodą i wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^{\circ}\text{C}$ do stałej masy.

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

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

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający Cl^- , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

d) Octan miedziowy nie zawierający chlorków przygotowany w następujący sposób: 5 g badanego preparatu rozpuścić w 50 ml wody, w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 10 ml kwasu azotowego. 5 ml azotanu srebra, uzupełnić objętość wodą do kreski i pozostawić na 12 godz. Przeźroczystą ciecz zdekantować z nad osadu przez sączek wymyty uprzednio gorącą wodą i brać do przyrządzenia roztworu wzorcowego 20 ml, co odpowiada 1 g octanu miedziowego.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 20 ml wody. Do roztworu dodać 2 ml kwasu azotowego i 1 ml azotanu srebra.

Badany octan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po 2 min nie będzie silniejsza niż opalizacja roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości co roztwór badany 20 ml roztworu octanu miedziowego wolnego od Cl^- oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. 0,03 mg Cl^- .

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

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- b) Chlorek barowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający SO_4^{2-} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg SO_4 .

d) Octan miedziowy nie zawierający SO_4^{2-} , przygotowany w następujący sposób: 5 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 50 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 2,5 ml kwasu solnego i 5 ml roztworu chlorku barowego, uzupełnić objętość do 100 ml i zostawić na 12 godz. Ciecz z nad osadu zdekantować przez sączek i brać 20 ml do przyrządzania roztworu wzorcowego, co odpowiada 1 g octanu miedziowego.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu miedziowego dla odczynnika cz.d.a., 0,500 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 20 ml wody, dodać do roztworu 0,5 ml kwasu solnego i 1,5 ml chlorku barowego.

Octan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 30 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników: 20 ml miedziowego octanu wolnego od SO_4^{2-} oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. 0,1 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. 0,25 mg SO_4^{2-} .

5.2.7. Oznaczanie zawartości azotu (N)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory: 10-procentowy i 0,01n.
- b) Kwas solny, roztwór 0,01n.
- c) Stop Dewarda.
- d) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) rozcieńczony w stosunku 1 : 3.
- e) Czerwień metylowa - wskaźnik.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w kolbie aparatu destylacyjnego w 150 ml wody i dodać 1 g stopu Dewarda. Kolbę połączyć przez łapacz kropel z chłodnicą zakończoną przedłużaczem zanurzonym w odbie-

ralniku zawierającym 20 ml ściśle 0,01n roztworu kwasu solnego i 10 ml wody. Odbieralnik zabezpieczyć od możliwości pochłaniania soli amonowych z otoczenia za pomocą płuczki ochronnej zawierającej kwas siarkowy. Przez lejek umieszczony w kurku kolby destylacyjnej wlać 10 ml 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i zostawić na jedną godzinę. Po upływie tego czasu oddestylować z kolby około 100 ml cieczy. Nadmiar kwasu solnego w odbieralniku odmiareczkować 0,01n roztworem wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej jako wskaźnika.

Badany octan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli zużycie 0,1n roztworu kwasu solnego nie będzie większe niż:

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

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

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Chlorek amonowy cz.d.a.

e) Amoniak cz.d.a., roztwory: 10- oraz 25-procentowy.

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

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 20 ml wody. Roztwór zakwaszyć 0,5 ml kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia, dodać 1 g chlorku amonowego, zadać 10-procentowym roztworem amoniaku do rozpuszczenia wytrącającego się osadu, powtórnie zagotować i pozostawić na wrzącej łaźni wodnej na przeciąg 30 min, po czym przesączyć przez bezpopiołowy sączek. Osad na sączku przemyć cieczą składającą się z 2,5 g chlorku amonowego i 2,5 ml 25-procentowego roztworu amoniaku, rozpuszczonych w 50 ml wody, do zaniku niebieskiego zabarwienia, a następnie przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na Cl^- . Przemyty osad rozpuścić na sączku w 2 ml roztworu kwasu siarkowego, sączek przemyć 20 ml wody i przesączyć zebrać do kolby. Do otrzymanego roztworu dodać 3 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 6 ml 10-procentowego roztworu amoniaku, ponownie wymieszać i przenieść do cylindra kolorymetrycznego.

Badany octan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 2 ml kwasu siarkowego, 3 ml kwasu sulfosalicylowego, 6 ml 10-

procentowego roztworu amoniaku oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. 0,05 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. 0,2 mg Fe^{3+} .

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

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy cz.d.a. lodowaty.
- b) Chromian potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony ołowiu przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

d) Octan miedziowy nie zawierający Pb^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 2,5 g badanego preparatu rozpuścić w 80 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 200 ml, dodać 5 ml kwasu octowego i 2,5 ml roztworu chromianu potasowego, uzupełnić objętość wodą do kreski i pozostawić na 3 godz. Przezroczystą ciecz zdekantować z nad osadu przez sączek wymyty poprzednio gorącą wodą i brać do przyrządzenia roztworu wzorcowego 40 ml przesączyć, co odpowiada 0,5 g octanu miedziowego.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 40 ml wody, przesączyć w razie potrzeby, następnie dodać 1 ml kwasu octowego i 0,5 ml roztworu chromianu potasowego.

Badany octan miedziowy odpowiada wymaganiom normy:

- dla odczynnika cz.d.a., jeżeli w badanym roztworze po upływie 15 min nie powstanie opalizacja;
- dla odczynnika cz., jeżeli powstała w badanym roztworze po upływie 15 min opalizacja nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników, 40 ml octanu miedziowego wolnego od ołowiu oraz 0,025 mg Pb^{2+} .

5.2.10. Oznaczanie zawartości soli metali nieustrącalnych siarkowodorem

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

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

5.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego octanu miedziowego rozpuścić w 148 ml wody i zadać 2 ml kwasu siarkowego. Roztwór ogrzać do temperatury $60 \div 70^\circ\text{C}$ i wysycić siarkowodorem do całkowitego wytrącenia miedzi, następnie przesączyć. 75 ml przesącza odparować do sucha i wyprażyć do stałej masy.

Badany octan miedziowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonego osadu nie przekroczy:

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