

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-83
	Odczynniki Rezorcyna	6193-82
		Zamiast PN-55/C-80558
		Grupa katalogowa 1051

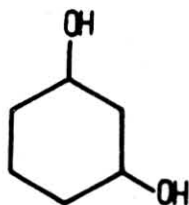
1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest rezorcyna stosowana jako odczynnik chemiczny.

Rezorcyna ma:

a) wzór ogólny $C_6H_6O_2$,

b) wzór budowy



c) masę molową 110, 114 g/mol,

d) inne nazwy *m*-dwooksybenzen, 1,3-dwuhydroksybenzen.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W normie ustala się jeden gatunek rezorcyny oznaczany: cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczania rezorcyny czystej:

REZORCYNĄ cz. BN-83/6193-82

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Rezorcyna powinna mieć postać bezbarwnych lub różowych kryształów rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu, łatwo rozpuszczalnych w eterze, trudno rozpuszczalnych w chloroformie.

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

Wymagania	
a) Rezorcyny, %, nie mniej niż	99,0
b) Temperatura topnienia, °C	109 ÷ 111
c) Pozostałość po prażeniu (siarczany), %, nie więcej niż	0,1
d) wolnych kwasów	wg 5.3.4
e) Dwurezorcyny i fenolu	wg 5.3.5
f) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową lub tekturową chronioną folią polietylenową.

Masa opakowań: netto 100, 250, 500 g.

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

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 24 marca 1983 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1983 poz. 13)

5. BADANIA

5.1. Rodzaj badań

- oznaczanie procentowej zawartości rezorcyny (3.2a),
- oznaczanie temperatury topnienia (3.2b),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu (3.2c),
- oznaczanie wolnych kwasów (3.2d),
- oznaczanie dwurezorcyny i fenolu (3.2e),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek dla odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii 100 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

- wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczbie próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej 30 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości rezorcyny $C_6H_6O_2$

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Roztwór bromku bromianu potasowego przygotowany wg PN-81/C-04530. 02 p. 2. 4 o $c(\frac{1}{6}KBrO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Roztwór tiosiarczanu sodowego przygotowany wg PN-81/C-04530. 02 p. 2, 11 o $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Kwas solny (1, 12).
- Jodek potasowy.
- Skrobia, roztwór 1 % (m/m).

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1,5000 g badanej rezorcyny, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Pobrać pipetą 10 ml badanego roztworu, przenieść do kolby pojemności 500 ml z dotartym korkiem, dodać 50 ml roztworu bromku bromianu potasowego i 5 ml kwasu solnego, zamknąć korkiem, wymieszać i pozostawić na 5 min.

Następnie do roztworu dodać 2 g jodku potasowego, 100 ml wody wymieszać i po upływie 3 min zmiareczkować wydzie-

lony jod roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi.

Jednocześnie należy wykonać próbę kontrolną zawierającą te same ilości odczynników.

Zawartość rezorcyny (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0,001835 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 10} = \frac{(V_1 - V) \cdot 9,175}{m} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość o stężeniu ściśle 0,1 mol/l roztworu tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania próbki kontrolnej, ml.

V_1 - objętość ściśle o stężeniu 0,1 mol/l roztworu tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania, ml.

m - odważka badanej rezorcyny, g.

0,001835 - ilość rezorcyny odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1 mol/l roztworu bromku bromianu potasowego, g.

5.3.1.3. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekroczyć $\pm 0,25 \%$.

5.3.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać zgodnie z PN-81/C-04513.

5.3.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (siarczyny)

5,00 g badanej rezorcyny umieścić w parownicze porcelanowej uprzednio wyprażonej do stałej masy, zważonej z dokładnością do 0,0002 g.

Zadać 1 ml kwasu siarkowego $d = (1,84)$.

Zawartość tygla ogrzać ostrożnie do odpędzenia dymów kwasu siarkowego, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

a - masa wyprażonej pozostałości, g,

m_1 - odważka badanej rezorcyny, g.

5.3.4. Oznaczanie próby na zawartość wolnych kwasów

5.3.4.1. Odczynniki

- Woda destylowana nie zawierająca CO_2 przygotowana wg PN-81/C-06500 p. 2. 2, 74.
- Zieleń bromokrezolowa wskaźnik przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2. 2 tabl. 1 lp. 40.
- Wodorotlenek sodowy o $c(NaOH) = 0,01 \text{ mol/l}$.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczenia, 1,00 g badanej rezorcyny rozpuścić w 10 ml wody dodać 0,1 ml zieleni bromokrezolowej i 0,5 ml roztworu wodorotlenku sodowego.

Badana rezorcyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór zabarwi się na niebiesko.

5.3.5. Oznaczenie próbki na zawartość dwurezorcyny i fenolu, 1,00 g badanej rezorcyny rozpuścić w 20 ml wody.

Roztwór powinien być klarowny, a po zagotowaniu nie powinien się wydzielać zapach fenolu.

5.3.6. Oznaczenie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie, 6,00 g badanej rezorcyny rozpuścić w 50 ml wody i przesączyć przez szklany tygiel do sączenia

G4 uprzednio wysuszony i zważony do stałej masy. Tygiel wraz z substancjami nierozpuszczalnymi przemyć 100 ml wody, a następnie wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105 °C.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

a_2 - masa wysuszonej pozostałości, mg,

m_3 - odważka badanej rezorcyny, g.

Badana rezorcyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy 3,0 mg.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

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

PN-81/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

PN-81/C-04530, 02 Analiza chemiczna, Przygotowanie tytrantów (roztworów mianowanych), Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna, Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna, Przygotowanie roztworów wskaźników

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

3. Symbol wg SWW - cz. 1331-42.

4. Autor projektu normy - Renata Niewięc - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.