

Ćwiczenie 16

Oznaczanie zawartości cynku metodą wagową.

Metoda jest odpowiednia do oznaczania cynku w produktach kosmetycznych, występującego jako chlorek, siarczan lub 4-hydroksybenzenosulfonian cynku lub jako połączenie kilku z tych soli. Zawartość cynku w próbce jest oznaczana grawimetrycznie i wyrażana jako procent wagowy cynku w próbce. Cynk znajdujący się w roztworze jest w środowisku kwaśnym wytrącony jako bis-(chinolin-8-olano)-cynk. Po odsączeniu osad suszy się i waży.

Wykonanie oznaczenia:

1. Do zlewki o pojemności 250 ml zważyć około 2,5 g z dokładnością do 0,0001 g(M) analizowanej próbki, zawierającej od około 0,5 g do 1 g cynku, dodać około 100 ml 6 M kwasu solnego, wymieszać i ogrzać do rozpuszczenia.
2. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby miarowej i rozcieńczyć do kreski.
3. Pobrać porcję analizowanego roztworu (1/10) i umieścić w zlewce.
4. Dla każdego 10 mg cynku znajdujących się w roztworze dodać 2 ml roztworu chinolin-8-olu, czyli około 10 ml i wymieszać.
5. Rozcieńczyć mieszaninę 150 ml wody destylowanej, doprowadzić temperaturę mieszaniny do 60°C i dodać 45 ml 0,2 M roztworu octanu amonu, stale mieszając.
6. Doprowadzić pH roztworu do 5,8- dodawać mieszając 10% lub stężony roztwór amoniaku, pH roztworu określić za pomocą papierka wskaźnikowego.
7. Odstawić roztwór na 30 minut. Przesączyć z pomocą wodnej pompy próżniowej przez tygiel z filtrem G-4, który wysuszono uprzednio (150°C) i zważono po schłodzeniu i przemyć osad 150 ml wody destylowanej o temperaturze 95°C.
8. Umieścić tygiel z filtrem w piecu suszącym o temperaturze nastawionej na 150°C i suszyć w ciągu jednej godziny.
9. Wyjąć filtr z pieca, umieścić w ekсыkatorze i po schłodzeniu do temperatury pokojowej oznaczyć masę .
10. Obliczyć zawartość cynku w próbce jako procent wagowy (% m/m)

Literatura:

Pierwsza dyrektywa Komisji z dnia 22 grudnia 1980 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do metod analizy niezbędnych do kontrolowania składu produktów kosmetycznych