

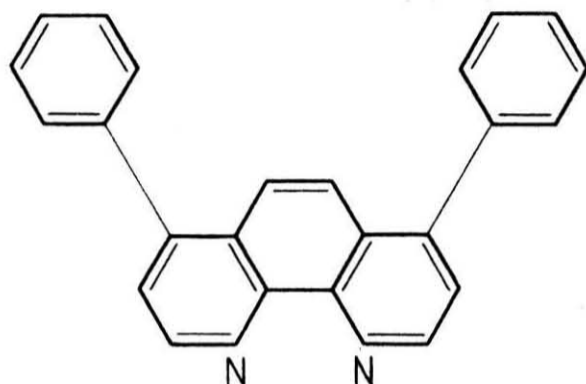
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Odczynniki Batofenantrolina	6193-77
		Grupa katalogowa X 52

### 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest batofenantrolina stosowana jako odczynnik w analizie chemicznej. Batofenantrolina ma:

a/ wzór sumaryczny  $C_{24}H_{16}N_2$ ,

b/ wzór strukturalny



c/ masę cząsteczkową - 332,41,

d/ nazwę systematyczną - 4,7 dwufenylo-1,10-fenantrolina.

### 2. OZNACZENIE

Norma ustala jeden gatunek batofenantroliny oznaczony:

BATOFENANTROLINA cz. d. a. BN-76/6193-77

### 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Batofenantrolina powinna mieć postać białego proszku lub kryształów o dopuszczalnym żółtawym lub różowawym odcieniu. Rozpuszcza się w alkoholu etylowym i wyższych jego homologach, nie rozpuszcza się w wodzie.

#### 3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	
a/ Temperatura topnienia, °C, w przedziale	220÷223 /w granicach 1°C/
b/ Straty suszenia, %, nie więcej niż	10
c/ Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	wg p. 5.2.3
d/ Pozostałość po prażeniu /jako siarczany/, %, nie więcej niż	0,1
e/ Czulość na jony żelaza /Fe <sup>2+</sup> / w g Fe <sup>2+</sup> /cm <sup>3</sup> , nie mniej niż	$1 \cdot 10^{-7}$
f/ Molowy współczynnik absorpcji odczynnika, $E_{max}$ nie mniej niż	38 000

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

**Rodzaj opakowania.** Stoiki z polietylenu pojemności 10 cm<sup>3</sup> z nakrętką z tworzywa sztucznego. Masa netto - 1 g, 5 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

### 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 4,5 g.

#### 5.2. Rodzaje i opis badań

**5.2.1. Oznaczanie temperatury topnienia** należy przeprowadzić zgodnie z PN-70/C-04956 lub za pomocą aparatu Boetiusa.

**5.2.2. Oznaczanie strat suszenia.** Odważyć 1,00 g badanego preparatu w naczynku wygowym uprzednio wysuszonym w temperaturze 105°C do stałej masy, odważonym z dokładnością do 0,0002 g i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy. Straty suszenia ( $x$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x = \frac{m - a}{m} \cdot 100$$

w którym:

$m$  - odważka badanego preparatu przed suszeniem, g,

$a$  - masa badanego preparatu po suszeniu, g.

**5.2.3. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym.** 0,0665 g wysuszonego wg 5.2.2 preparatu rozpuścić ilościowo w 50 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Badana batofenantrolina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymany roztwór będzie bezbarwny, z dopuszczalnym żółtawym lub różowawym odcie-

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 18 grudnia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1977 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1977 poz. 8)

niem i nie będzie zawierać części nierozpuszczalnych. Roztwór pozostawić do oznaczania czułości na jony żelaza wg 5.2.5.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu /jako siarczany/. 0,50 g badanego preparatu umieścić w tyglu porcelanowym uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, dodać 1 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego cz. d. a. i ogrzewać ostrożnie, aż do odpędzenia dymów kwasu siarkowego i wysuszenia zawartości tygla. Następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600÷700°C do stałej masy i zważyć. Pozostałość po prażeniu ( $x_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_1 = \frac{a_1}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

$a_1$  – masa pozostałości po prażeniu, g,

$m_1$  – odważka badanego preparatu, g.

#### 5.2.5. Oznaczanie czułości na jony żelaza /Fe<sup>2+</sup>/

##### 5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a/ Alkohol izoamylowy cz. d. a.

b/ Roztwór batofenantroliny przygotowany wg 5.2.3 dopełnić alkoholem etylowym do objętości 100 cm<sup>3</sup> i dobrze wymieszać. Roztwór pozostawić do oznaczania molowego współczynnika absorpcji  $E_{max}$  wg 5.2.6.

c/ Chlorowodorek hydroksyloaminy cz. d. a. 10-procentowy roztwór oczyszczony od jonów żelaza w następujący sposób: Przygotowaną porcję chlorowodoru hydroksyloaminy przenieść do rozdzielacza pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu batofenantroliny, wymieszać i pozostawić na 3 min, po czym dodać 10 cm<sup>3</sup> alkoholu izoamylowego, wytrząsać przez około 50 s i odstawić do rozdzielania warstw. Górna warstwę organiczną odrzucić, a roztwór chlorowodoru ponownie wytrząsnąć z 10 cm<sup>3</sup> alkoholu izoamylowego i po rozdzieleniu odrzucić warstwę organiczną. Następnie do roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu batofenantroliny i postępować tak, jak poprzednio. Jeżeli warstwa organiczna będzie bezbarwna należy usunąć batofenantrolinę z roztworu przez trzykrotne wytrząsanie z 15 cm<sup>3</sup> alkoholu izoamylowego, jeżeli zaś warstwa organiczna będzie jeszcze różowa należy roztwór chlorowodoru hydroksyloaminy oczyścić od jonów żelaza przez kolejne ekstrakcje, aż do całkowitego usunięcia żelaza, to jest do osiągnięcia bezbarwnej warstwy organicznej z rozpuszczoną w niej batofenantroliną.

d/ Octan sodowy uwodniony cz. d. a. 10-procentowy roztwór o pH 4,0 ÷ 4,5. W razie potrzeby wartość pH nastawić przez dodanie wodorotlenku sodowego cz. d. a. 1 N roztworu lub kwasu octowego cz. d. a. 30-procentowego roztworu. Roztwór octanu sodowego należy oczyścić od jonów

żelaza w następujący sposób: przygotowaną porcję octanu sodowego wprowadzić do rozdzielacza pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 3 cm<sup>3</sup> roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy przygotowanego wg 5.2.5.1 c/, wymieszać i pozostawić na 2÷3 min, po czym dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu batofenantroliny i oczyszczać od jonów żelaza w sposób opisany w 5.2.5.1 c/.

e/ Woda niezawierająca jonów żelaza, dwukrotnie predestylowana z aparatury kwarcowej lub odmineralizowana na wymienniczu jonowym Amberlit MB-3.

f/ Roztwór wzorcowy zawierający jony żelaza /Fe<sup>2+</sup>/ przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.56 i rozcieńczony 0,01 N roztworem kwasu siarkowego w stosunku 1 : 1000 cm<sup>3</sup>. Otrzymany roztwór wzorcowy zawiera 1 · 10<sup>-6</sup> g Fe<sup>2+</sup>/1 cm<sup>3</sup>. Roztwór wzorcowy należy każdorazowo świeżo przygotować.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Przygotować cztery kolorymetryczne próbki z bezbarwnego szkła z doszlifowanym korkiem pojemności co najmniej 25 cm<sup>3</sup>. Do próbek wprowadzić kolejno następujące ilości wzorca żelaza o stężeniu 1 · 10<sup>-6</sup> g Fe<sup>2+</sup>/1 cm<sup>3</sup>: 0; 0,1; 0,2; 0,3 cm<sup>3</sup>, a następnie wprowadzić kolejno po 1 cm<sup>3</sup> roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 1 cm<sup>3</sup> roztworu octanu sodowego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu batofenantroliny i doprowadzić do objętości 20 cm<sup>3</sup> wodą niezawierającą jonów żelaza, wymieszać, a następnie dodać kolejno po 2 cm<sup>3</sup> alkoholu izoamylowego dobrze wytrząsnąć i pozostawić do rozdzielania warstw. Badana batofenantrolina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli oglądane na białym tle jasnoczerwone zabarwienie warstwy organicznej roztworu zawierającego 0,2 cm<sup>3</sup> wzorca żelaza będzie znacznie silniejsze od roztworu niezawierającego jonów żelaza, a między kolejnymi próbkami jest zauważalna gradacja zabarwienia.

#### 5.2.6. Oznaczanie molowego współczynnika absorpcji

$E_{max}$

##### 5.2.6.1. Aparatura i materiały pomocnicze

a/ Spektrofotometr o zakresie światła ultrafioletowego.

b/ Kuwety kwarcowe o grubości warstwy mierzonej równej 1 cm.

5.2.6.2. Odczynniki. Alkohol etylowy 96-procentowy rektyfikowany.

5.2.6.3. Wykonanie oznaczania. 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu batofenantroliny otrzymanego wg 5.2.5 wprowadzić do kolbki pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć do kreski alkoholem etylowym i dobrze wymieszać. Otrzymany roztwór ma stężenie 1 · 10<sup>-5</sup> mol/1 dm<sup>3</sup>. Przygotowany roztwór umieścić w kuwecie i mierzyć absorbancję w granicach długości fali  $\lambda$  = 270÷280 nm, stosując alkohol etylowy jako

odnośnik. Odczytać wartość absorpcji  $A$  w maximum w którym:  
 krzywej i obliczyć molowy współczynnik absorpcji  $E_{max}$   
 wg wzoru

$$E_{max} = \frac{A}{b \cdot c}$$

$A$  - wartość absorpcji odczytana z krzywej,  
 $b$  - grubość warstwy mierzonej, cm,  
 $c$  - stężenie mierzonego roztworu, mol/dm<sup>3</sup>.

KONIEC

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-69/MPCh/N-1520

a/ zaostrożono wymagania na czułość na jony żelaza,  
 b/ przesunięto granice temperatury topnienia,  
 c/ wprowadzono oznaczanie molowego współczynnika absorpcji  $E_{max}$ .

3. Normy związane

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 4304-73 Реактивы "Батофенатролин"