

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-82.
	Odczynniki	6191-171
	Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy	Zamiast BN-69/6193-16
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwuetylodwutiokarbaminian sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy ma:

a) wzór sumaryczny — $C_5H_{10}NS_2Na \cdot 3H_2O$.

b) wzór strukturalny

$$\begin{array}{c} C_2H_5 \\ \diagdown \\ N-C-S-Na \cdot 3H_2O \\ \diagup \\ C_2H_5 \\ || \\ S \end{array}$$

c) masę cząsteczkową: 225,32.

d) inne nazwy — kupral, karbaminian sodowy.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, w normie ustala się dwa gatunki dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy.

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego czystego do analizy:

DWUETYLODWUTIOKARBAMINIAN SODOWY cz.d.a.

BN-82/6191-171

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy powinien mieć postać białego proszku z odcieniem żółtawym lub szarym, jest rozpuszczalny w wodzie i alkoholu etylowym i stosowany jako mikro-odczynnik.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego ($C_5H_{10}NS_2Na \cdot 3H_2O$), %, nie mniej niż	99	98
b) Wolnych alkaliów (w przeliczeniu na NaOH), %, nie więcej niż	0,3	0,5
c) Rozpuszczalność w wodzie	wg 5.3.2	nie normalizuje się
d) Czulość na jony miedzi (Cu^{2+}), nie mniej niż	0,001 mg Cu w 5 ml ($2 \cdot 10^{-7}$ g Cu w 1 ml)	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką lub tekturową i pergaminową, słoiki szklane z doszlifowanym korkiem.

Masa opakowania netto: 25, 100, 250, 500, 1000 g. Do opakowania stosuje się opakowanie z ciemnego szkła lub nieprzezroczystego materiału. Przy dłuższym przechowywaniu pod działaniem światła, powietrza i ciepła zawartość preparatu stopniowo zmniejsza się.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone badania

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 23 marca 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1982 poz. 19)

i próby wykaza, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymiary zgodnie z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie procentowej zawartości dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego (3.2a),
- oznaczanie wolnych alkaliów (w przeliczeniu na NaOH) (3.2b),
- oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- oznaczanie czułości na jony miedzi (3.2d).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500 przyjmując:

- wielkość partii — 200 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 100 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 — równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 20 g.

5.3. Rodzaje i opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego ($C_5H_{10}NS_2Na \cdot 3H_2O$) i wolnych alkaliów (NaOH)

5.3.1.1. Odczynniki

- Woda destylowana nie zawierająca węglanów, przygotowana wg PN-81/C-06500.
- Jod cz.d.a., roztwór stężenia $c(J) = 0,1$ mol/l.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1% (m/m).
- Kwas solny cz.d.a., roztwór o stężeniu $c(HCl) = 0,1$ mol/l.
- Fenoloftaleina — wskaźnik, roztwór przygotowany przez rozpuszczenie 1 g fenoloftaleiny w 100 ml alkoholu etylowego.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,6000 g badanego dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego rozpuścić w 20 ml wody w kolbie pojemności 250 ml, dodać 1-2 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem kwasu solnego do zaniku różowego zabarwienia.

Do zubożonego wobec fenoloftaleiny roztworu dodać 2 ml roztworu skrobi i natychmiast miareczkować roztworem jodu do niebieskiego zabarwienia roztworu.

Zawartość dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,02253 \cdot 100}{m} = \frac{V_1 \cdot 2,253}{m} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu jodu o stężeniu $c(J) = 0,1000$ mol/l zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, g,

0,02253 — ilość dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu jodu o stężeniu $c(J) = 0,1000$ mol/l, g.

Zawartość wolnych alkaliów (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot 0,0040 \cdot 100}{m} = \frac{V_2 \cdot 0,40}{m} \quad (2)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu kwasu solnego o stężeniu $c(HCl) = 0,1000$ mol/l zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, g,

0,0040 — ilość wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu solnego o stężeniu $c(HCl) = 0,1000$ mol/l, g.

5.3.2. Oznaczanie rozpuszczalności w wodzie. 0,10 g preparatu umieścić w kolbie pojemności 250 ml i rozpuścić w 100 ml wody.

Roztwór powinien być klarowny.

Roztwór zachować do oznaczania czułości na jony miedzi wg 5.3.3.

5.3.3. Oznaczanie czułości na jony miedzi (Cu^{2+})

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10% (m/m).
- Alkohol izoamylowy cz.d.a.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony 10 + 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cu^{2+} .

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Do czterech próbek z bezbarwnego szkła z doszlifowanym korkiem, o średnicy 1,5 ÷ 2 cm, wprowadzić odpowiednio: 0,001; 0,003; 0,005 mg Cu^{2+} (0,1; 0,3; 0,5 ml roztworu zawierającego w 1 ml 0,01 mg Cu^{2+}), czwartą próbkę pozostawić do wykonania próby kontrolnej.

Do wszystkich czterech próbek dodać po 10 ml wody, 0,1 ml roztworu amoniaku, 0,5 ml 0,1% (m/m) roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego przygotowanego wg 5.3.2, wymieszać i dodać 5 ml alkoholu izoamylowego.

Zawartość próbek wstrząsnąć kilkakrotnie i pozostawić do rozdziału warstw.

Badany dwuetylodwutiokarbaminian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe słabo żółte zabarwienie warstwy alkoholowej obserwowanej w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła w pierwszej próbce różni się wyraźnie od bezbarwnej warstwy alkoholowej kontrolnej próby; gradacja zabarwień w trzech próbkach zawierających jony Cu^{2+} powinna być wyraźna.

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6193-16. Zaostrzono wymagania dotyczące oznaczania wolnych alkaliów (w przeliczeniu na NaOH) dla gatunku cz.

3. Normy związane

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

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

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

4. Normy międzynarodowe

RWPG CT CЭB 1754-79 Реактивы. Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат — norma zgodna.

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.