

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Odczynniki Dwufenylokarbazyd	6193-22
		Zamiast BN-64/6191-18
		Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest dwufenylokarbazyd stosowany jako odczynnik chemiczny.

Dwufenylokarbazyd ma:

- a) wzór sumaryczny $C_{13}H_{14}N_4O$
- b) wzór strukturalny $C_6H_5 \cdot NH \cdot NH \cdot CO \cdot NH \cdot NH \cdot C_6H_5$
- c) masę cząsteczkową 242,28 (1961 r.)
- d) inne nazwy 1,5-dwufenylo-karbohydrazyd

1.2. Normy związane

PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne wykonania badań

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 dwufenylokarbazydu, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia dwufenylokarbazydu czystego do analizy:

DWUFENYLOKARBAZYD cz.d.a. BN-70/6193-22

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwufenylokarbazyd powinien mieć postać białego lub słabo różowego kryształicznego proszku rozpuszczalnego w alkoholu, acetonie i kwasie octowym, bardzo trudno rozpuszczalnego w wodzie i eterze. Różowieje na powietrzu, bardzo szybko różowieje w roztworach. Dwufenylokarbazyd stabilizowany jest dodatkiem 2 ÷ 5% bezwodnika kwasu ftalowego cz.

¹⁾ Symbol wg SWW:
cz.d.a. 1331-11,
cz. 1331-429.

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	roztwór po rozpuszczeniu przezroczysty wg 5.2.1	
b) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,05	0,1
c) Czułość na chrom (Cr^{6+})	$5 \cdot 10^{-8}$ g Cr^{6+}/cm^3	nie normalizuje się
d) Czułość na rtęć (Hg^{2+})	$2 \cdot 10^{-6}$ g Hg^{2+}/cm^3	nie normalizuje się
e) Dwufenylokarbazonu i innych zanieczyszczeń organicznych	wg 5.2.5 ¹⁾	nie normalizuje się

¹⁾ Oznaczanie dwufenylokarbazonu wykonuje się w produkcji przeznaczonym na eksport.

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

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

Rodzaj opakowania: fiołki szklane, słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową albo tekturową i pergaminową, zabezpieczone taśmą termokurczliwą.

Masa opakowania netto: 10, 25, 50, 100, 500 g.

Opakowanie należy wypełniać preparatem możliwie całkowicie, unikać pozostawienia wolnej przestrzeni.

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

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 15 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,10 g badanego dwufenylokarbazydu rozpuścić ogrzewając w 20 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego. Roztwór powinien być przezroczysty.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 10 sierpnia 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 marca 1971 r.
(Mon. Pol. nr 31/1970 poz. 257)

5.2.2. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczyny). Należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-01055; 2,00 g badanego dwufenylokarbazydu umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tygliku porcelanowym i zwilżyć 1 cm³ kwasu siarkowego. Tygiel ogrzewać na łaźni piaskowej do ustania wydzielania się par kwasu siarkowego, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

- a - masa wyprażonej pozostałości, g,
- m - odważka badanego dwufenylokarbazydu, g.

5.2.3. Oznaczanie czułości na chrom (Cr⁶⁺)

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- b) Dwufenylokarbazyd, roztwór przygotowany przez rozpuszczenie 0,2 g badanego dwufenylokarbazydu cz.d.a. w 10 cm³ kwasu octowego.
- c) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cr⁶⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.15 i rozcieńczony w stosunku do 1:999. 1 cm³ rozcieńczonego, świeżo przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,001 mg Cr⁶⁺.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. Do pięciu jednakowych probówek z bezbarwnego szkła z doszlifowanym korkiem, o średnicy 1,5 ÷ 2 cm wprowadzić odpowiednio: 0,00025, 0,005, 0,001, 0,003 mg Cr⁶⁺ (0,25, 0,5, 1, 3 cm³ roztworu zawierającego w 1 cm³ 0,001 mg Cr), piątą probówkę pozostawić do wykonania próby kontrolnej.

We wszystkich pięciu probówkach objętość roztworu doprowadzić wodą do 5 cm³, wymieszać, dodać po 0,05 cm³ roztworu kwasu solnego, 0,1 cm³ roztworu dwufenylokarbazydu i powtórnie wymieszać.

Badany dwufenylokarbazyd odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 5 min, obserwowane w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła, słabo czerwono-fioletowe zabarwienie w pierwszej probówce (zawierającej 0,00025 mg Cr⁶⁺) różni się wyraźnie od zabarwienia roztworu kontrolnego. Gradacja zabarwień w czterech probówkach zawierających jony Cr⁶⁺ powinna być wyraźna.

5.2.4. Oznaczanie czułości na rtęć (Hg²⁺)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Dwufenylokarbazyd, roztwór alkoholowy przygotowany przez rozpuszczenie 0,5 g badanego dwu-

fenylokarbazydu cz.d.a. w 50 cm³ alkoholu etylowego.

- b) Alkohol etylowy, roztwór 96-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Hg²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.40 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Hg²⁺.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do czterech jednakowych probówek z bezbarwnego szkła z doszlifowanym korkiem, o średnicy 1,5 ÷ 2 cm, wprowadzić odpowiednio 0,01, 0,03, 0,05 mg Hg²⁺ (1,3 i 5 cm³ roztworu zawierającego w 1 cm³ 0,01 mg Hg), czwartą probówkę pozostawić do wykonania próby kontrolnej.

We wszystkich czterech probówkach objętość roztworu doprowadzić wodą do 4,5 cm³, wymieszać, dodać po 0,5 cm³ roztworu dwufenylokarbazydu i powtórnie wymieszać.

Badany dwufenylokarbazyd odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 5 min obserwowane w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła, słabo fioletowe zabarwienie w pierwszej probówce (zawierającej 0,01 mg Hg²⁺) różni się wyraźnie od zabarwienia kontrolnego roztworu. Gradacja zabarwień w trzech probówkach zawierających jony Hg²⁺ powinna być wyraźna.

5.2.5. Sprawdzenie nieobecności dwufenylokarbazonu i innych zanieczyszczeń organicznych

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83).
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5n.
- c) Chlorek żelazowy (FeCl₃·6H₂O), roztwór zawierający 5,00 g chlorku żelazowego w 100 cm³ roztworu kwasu solnego (roztwór 1).
- d) Chlorek kobaltowy (CaCl₂·6H₂O), roztwór zawierający 6,5 g chlorku kobaltowego w 100 cm³ roztworu kwasu solnego (roztwór 2).
- e) Siarczan miedziowy (CuSO₄·5H₂O), roztwór zawierający 6,5 g siarczanu miedziowego w 100 cm³ roztworu kwasu solnego (roztwór 3).
- f) Roztwór porównawczy przygotowany przez zmieszanie 17,5 cm³ roztworu 1, 6,5 cm³ roztworu 2 i 2,5 cm³ roztworu 3. Po zmieszaniu pobrać 1,5 cm³ roztworu, dodać 18,5 cm³ wody i wymieszać.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,10 g badanego dwufenylokarbazydu, wysuszonego uprzednio w ciągu 3 godz nad kwasem siarkowym, rozpuścić wstrząsając w 20 cm³ kwasu siarkowego.

Roztwór nie powinien mieć różowego zabarwienia (dwufenylokarbazon) i nie może być ciemniejszy, niż roztwór porównawczy wg 5.2.5.1 f).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6193-22

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-18

- a) pozostałość po prażeniu znormalizowano jako siarczany,
- b) czułość odczynnika na chrom i rtęć znormalizowano tylko dla odczynnika cz.d.a.,
- c) wprowadzono dla odczynnika cz.d.a. przezna-

czanego na eksport oznaczanie dwufenylokarbazonu i innych zanieczyszczeń organicznych,

- d) dostosowano wymagania i badania do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1746-69.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1746-69. Реактивы. Дифенилкарбазид