

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Odczynniki Kwas nitrylotrójciowy	6193-24
		Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas nitrylotrójciowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas nitrylotrójciowy ma:

a) wzór sumaryczny $C_6H_9O_6N$

b) wzór strukturalny

$$N \begin{cases} CH_2COOH \\ CH_2COOH \\ CH_2COOH \end{cases}$$

c) masę cząsteczkową - 191,14 (1961 r.),

d) inne nazwy: Chelaton 1, Komplekson I, Trilon A.

1.2. Normy związane

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

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości miedzi

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

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

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń i podstawowego składnika rozróżnia się dwa gatunki kwasu nitrylotrójciowego oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

¹⁾ Symbol wg SWW dla odczynnika:

cz.d.a. 1331-112,

cz. 1331-429.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu nitrylotrójciowego czystego do analizy:

KWAS NITRYLOTRÓJCOWY cz.d.a. BN-70/6193-24

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas nitrylotrójciowy powinien mieć postać białego, krystalicznego proszku, trudno rozpuszczalnego w chłodnej wodzie, lepiej w gorącej, rozpuszczalnego w amoniaku i roztworach alkaliów.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Kwasu nitrylotrójciowego ($C_6H_9O_6N$), %, nie mniej niż	99,2	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w 5-procentowym roztworze węglanu sodowego, %, nie więcej niż	0,02	0,04
c) Pozostałości po prażeniu (w postaci siarczanów), %, nie więcej niż	0,3	0,5
d) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,003	nie normalizuje się
e) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się
f) Temperatura topnienia, °C, nie mniej niż	231	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Kwas nitrylotrójciowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki z nakrętką z tworzywa sztucznego i z podkładką polietylenową lub tekturową i pergaminową.

Masa opakowania netto: 25, 50, 75, 100, 150, 250, 500 i 1000 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.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 12 listopada 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1971 r.
(Mon. Pol. nr 44/1970 poz. 354)

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 25 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości kwasu nitrylotrójoctowego ($C_6H_9O_6N$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy, cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Czerwień metylowa, 0,2-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,2000 g badanego kwasu nitrylotrójoctowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ i rozpuścić, ogrzewając do wrzenia, w 75 cm³ wody. Do gorącego roztworu dodać trzy krople roztworu czerwieni metylowej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do całkowitego przejścia czerwonego zabarwienia w żółte.

Zawartość kwasu nitrylotrójoctowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0,009557 \cdot 100 \cdot V_1}{m} = \frac{0,9557 \cdot V_1}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania, cm³,

m - odważka badanego preparatu, g,

0,009557 - ilość kwasu nitrylotrójoctowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w 5-procentowym roztworze węglanu sodowego

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory. Węglan sodowy bezwodny cz.d.a., roztwór 5-procentowy, przesączony.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego kwasu nitrylotrójoctowego umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, stopniowo dodawać 200 cm³ roztworu węglanu sodowego i ogrzać do temperatury 70 ÷ 80 °C, następnie dodać 150 cm³ wody, wymieszać, przesączyć przez wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4, zważony z dokładnością do 0,0002 g. Pozostałość na tyglu przemyć 150 cm³ gorącej wody, wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110 °C do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w 5-procentowym roztworze węglanu sodowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

a_1 - masa wysuszonej pozostałości, g,

m_1 - odważka badanego kwasu nitrylotrójoctowego, g.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany). 1,00 g badanego kwasu nitrylotrójoctowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g w tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym, zadać 0,5 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,83). Zawartość tygla ogrzewać na łożni piaskowej do odpędzenia par kwasu siarkowego, a następnie wyprażyć w temperaturze 600 ÷ 700 °C do stałej masy.

Zawartość pozostałości po prażeniu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

a_2 - masa wyprażonej pozostałości, g,

m_2 - odważka badanego kwasu nitrylotrójoctowego, g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór (0,96).
- Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- Kwas sulfosalicylowy, cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.57 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego kwasu nitrylotrójoctowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 cm³ i rozpuścić w mieszaninie 30 cm³ i wody i 1 cm³ kwasu solnego, ogrzewając do wrzenia.

Do ochłodzonego roztworu dodać 5 cm³ roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 cm³ roztworu amoniaku i powtórnie wymieszać.

Powstałe w ciągu 10 min zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla preparatu cz.d.a. 0,015 mg Fe^{3+} oraz te same ilości kwasu solnego, roztworu kwasu sulfosalicylowego i amoniaku, dodanych w tej samej kolejności.

5.2.4.3. In etody. Dla produktu eksportowanego do krajów R arbitrażową metodą oznaczania zawartości żelaza jest metoda z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli wg PN-68/C-04521 p. 2.4. W tym przypadku należy: 0,10 g badanego kwasu nitrylotrójoctowego rozpuścić w 20 cm³ wody, ogrzewając do wrzenia. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2. Powstałe różowe zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla odczynnika cz.d.a. 0,003 mg Fe^{3+} i te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory - PN-68/C-04538 p. 2.4.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego kwasu nitrylotrójowego umieścić w cylindrze pojemności 50 cm^3 z szlifowanym korkiem, dodać 10 cm^3 wody, 5 cm^3 roztworu amoniaku i wymieszać do całkowitego rozpuszczenia odważki. Następnie dodać 5 cm^3 alkoholu izoamylowego, 1 cm^3 roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, parę razy wytrząsnąć, dodać jeszcze 1 cm^3 roztworu dwuetylodwutio-

karbaminianu sodowego i powtórnie roztwór wytrząsnąć.

Badany kwas nitrylotrójowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie warstwy alkoholowej badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholowej roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości dla preparatu cz.d.a. 0,005 mg Cu^{2+} i te same ilości odczynników.

5.2.6. Oznaczanie temperatury topnienia - wg PN/C-04513.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6193-24

1. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-62/MPCh/N-959, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany:

- a) wprowadzono gatunek „czysty”,
- b) znormalizowano ilościowo zawartość substancji nierozpuszczalnych w roztworze węgla sodowego,

c) dostosowano wymagania dla gatunku cz.d.a. i metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1467-68.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1467-68 dla gatunku cz.d.a.