

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-83
	Odczynniki Tiomocznik	6191-56
		Zamiast BN-65/6191-56
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest tiomocznik stosowany jako odczynnik chemiczny.

Tiomocznik ma:

- a) wzór ogólny $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$,
- b) wzór strukturalny $\text{H}_2\text{N} - \text{CS} - \text{NH}_2$,
- c) masę molową 76,12 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki tiomocznika oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia tiomocznika czystego do analizy:

TIOMOCZNIK cz. d. a. BN-83/6191-56

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Tiomocznik powinien mieć postać błyszczących, bezbarwnych kryształów lub białego krystalicznego proszku rozpuszczalnego w wodzie.

Odczyn wodnego roztworu tiomocznika powinien być obojętny.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne - wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz. d. a.	cz.
a) Zawartość tiomocznika $\text{CS}(\text{NH}_2)_2$, %, (m/m), nie mniej niż	99,0	99,0
b) Temperatura topnienia, °C, w granicach	174 + 176	174 ÷ 176
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,02
d) Pozostałości po prażeniu (w przeliczeniu na siarczany), % (m/m), nie więcej niż	0,02	0,04
e) Rodanków (CNS)	wg 5.3.5	wg 5.3.5
f) Czułość na selen	wg 5.3.6	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną. Masa opakowania netto: 50, 100, 250, 500 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 24 marca 1983 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1983 poz. 13)

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Tiomocznik jest toksyczny - klasa niebezpieczeństwa IVa.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- Oznaczanie procentowej zawartości tiomocznika (3.2a),
- Oznaczanie temperatury topnienia (3.2b),
- Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2c),
- Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu, (w przeliczeniu na siarczany (3.2d),
- Oznaczanie zawartości rodanków (3.2c),
- Oznaczanie czułości na selen (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047.

Ogółem masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 200 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości tiomocznika

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jod cz. d. a., roztwór o $c(J) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Kwas siarkowy cz. d. a., roztwór o $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 2 \text{ mol/l}$.
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1 % (m/m).
- Tiosiarczan sodowy cz. d. a. roztwór o $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Wodorotlenek sodowy cz. d. a. roztwór o $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,2000 g badanego tiomocznika odważyć w naczynku szklanym i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

25,0 ml otrzymanego roztworu pobrać pipetą do kolby stożkowej na szlif pojemności 500 ml, dodać 20 ml roztworu wodorotlenku sodowego, 50,0 ml roztworu jodu i pozostawić na 10 min.

Po upływie tego czasu do roztworu dodać 20 ml roztworu kwasu siarkowego i nadmiar jodu odmiareczkować roztworem tiosiarcznanu sodowego wobec skrobi.

Jednocześnie wykonać próbę kontrolną z 25 ml wody zamiast badanej próby, stosując te same ilości odczynników.

Zawartość tiomocznika (X) obliczyć w % (m/m) wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0009515 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{(V - V_1) \cdot 0,95}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu tiosiarcznanu sodowego o stężeniu ściśle 0,1 mol/l zużyta do zmiareczkowania próby kontrolnej, ml,

V₁ - objętość roztworu tiosiarcznanu sodowego o stężeniu ściśle 0,1 mol/l zużyte do zmiareczkowania badanej próby, ml,

m - odważka badanego tiomocznika, g,

0,0009515 - ilość tiomocznika odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarcznanu sodowego o $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, kg.

5.3.1.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, których różnica nie może przekraczać 0,3 %.

5.3.2. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN-76/C-04513.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego tiomocznika rozpuścić w 200 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany tiomocznik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonego osadu nie przekracza:

dla odczynnika cz. d. a. - 2 mg,

dla odczynnika cz. - 4 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (w przeliczeniu na siarczany). W tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, umieścić 10,00 g badanego tiomocznika i dalej postępować wg PN-78/C-04958 p. 2.4.

Badany tiomocznik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz. d. a. - 2 mg,

dla odczynnika cz. - 4 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości rodanków (CNS)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek żelazowy cz., roztwór 10 % (m/m).
- Kwas solny cz. d. a., d = 1,12 g/ml.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,20 g badanego tiomocznika umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie i uzupełnić wodą do kreski, po czym dokładnie wymieszać (roztwór A). Do 10 ml roztworu A dodać 10 ml wody, 0,3 ml kwasu solnego oraz jedną kroplę roztworu chlorku żelazowego. Badany tiomocznik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór nie zabarwi się na kolor czerwonożółty w porównaniu z roztworem zawierającym w 20 ml wody jedną kroplę roztworu chlorku żelazowego i 0,5 ml kwasu solnego.

5.3.6. Oznaczanie czułości na selen5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz. d. a., $d = 1,12$ g/ml.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Se przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony w stosunku 10:990.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Se.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 5 ml roztworu tiomocznika przygotowanego wg 5.3.5.2 (roztwór A) dodać do mieszaniny składającej się z 1 ml roztworu wzorcowego selenu i 0,25 ml kwasu solnego.

Badany tiomocznik odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w roztworze wystąpi czerwonożółta opalizacja.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-56. Wprowadzono do wymagań oznaczanie zawartości tiomocznika przez utlenienie jodem na alkaliczność.

3. Normy związane

PN-76/C-04513 Odczynniki, Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych w kapilarze,

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-78/C-04958 Odczynniki, Oznaczanie pozostałości po prażeniu

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

PN-78/C-79021 Opakowania, System wymiarowy

4. Symbol wg SWW

cz. d. a. - 133 111,

cz. - 133 142.

5. Autor projektu normy - Zofia Kołodziej - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.