

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71 6193-28
	Odczynniki Ditizon	
		Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Ditizon ma:

a) wzór sumaryczny $C_{13}H_{12}N_4S$

b) wzór strukturalny

$$\begin{array}{c}
 \text{NH} - \text{NH} - \text{C}_6\text{H}_5 \\
 \diagup \quad \diagdown \\
 \text{S} = \text{C} \\
 \diagdown \quad \diagup \\
 \text{N} = \text{N} - \text{C}_6\text{H}_5
 \end{array}$$

c) masę cząsteczkową - 256,33 (1961),

d) inna nazwa - dwufenyloitiokarbazon.

1.2. Normy związane

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

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

PN-68/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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

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

2. OZNACZENIE

DITIZON cz.d.a. BN-71/6193-28

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Ditizon powinien mieć postać drobnokryształicznego proszku o zabarwieniu czarnym lub brązowoczarnym, trudno rozpuszczalnego w wodzie, alkoholu i eterach, rozpuszczalnego w czterochlorku węgla i chloroformie.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1331-113.

Preparat rozkłada się w temperaturze powyżej 70°C. Podczas przechowywania zawartość czynnej substancji ulega zmniejszeniu na skutek utlenienia.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Substancji nierozpuszczalnych w chloroformie, %, nie więcej niż	1
b) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,2
c) Zawartość wody, %, nie więcej niż	2
d) Metali ciężkich Pb^{2+} , %, nie więcej niż	0,002
e) Czułość jako mikroodczynnik na jon ołowiu	wg 5.2.5

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: fiolki szklane, słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego i z podkładką polietylenową lub tekturową i pergaminową.

Masa opakowań netto: 5, 10, 25, 50, 100 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ona produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania 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 10 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w chloroformie. 0,100 g badanego ditizonu rozpuścić w 10 cm³ chloroformu cz.d.a., mieszając w ciągu 5 min. Następnie roztwór przesaczyć

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfarm” dnia 11 października 1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 maja 1972 r.

(Mon. Pol. nr 58/1971 poz. 379)

przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy, zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G_3 .

Pozostałość na tyglu przemyć 15 cm³ chloroformu i wysuszyć w suszarce w temperaturze 100°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w chloroformie (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- a_1 - masa wysuszonej pozostałości, g,
 m_1 - odważka badanego ditizonu, g.

5.2.2. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany)

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
 b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83).

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego ditizonu, odważonego w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym, ogrzewać na łaźni piskowej do zwęglenia, a następnie spalić na palniku.

Oziębioną pozostałość zwilżyć 0,5 cm³ kwasu azotowego i 0,5 cm³ kwasu siarkowego, ogrzewać na łaźni piskowej do odpędzenia dymów par kwasu siarkowego.

Następnie zawartość tygla wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 800°C do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_2 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

- a_2 - masa wyprażonej pozostałości, g,
 m_2 - odważka badanego ditizonu, g.

Pozostałość zachować do oznaczania zawartości metali ciężkich wg 5.2.4.

5.2.3. Oznaczanie zawartości wody. Około 1,0000 g badanego ditizonu, odważonego w uprzednio wysuszonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu, wysuszyć w próżniowym eksykatorze nad nadchloranem magnezowym lub pięciotlenkiem fosforowym do stałej masy.

Zawartość wody (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_3 - a_3) \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

- m_3 - odważka badanego ditizonu, g,
 a_3 - pozostałość po wysuszeniu, g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04515 p. 2.4 oraz:

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4),
 b) Kwas solny cz.d.a. (1,18).

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Pozostałość po prażeniu wg 5.2.2 zwilżyć 0,5 cm³ kwasu solnego i 0,2 cm³ kwasu azotowego, odparować do sucha. Pozostałość po ochłodzeniu rozpuścić w 20 cm³ wody i następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany ditizon odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla odczynnika cz.d.a. 0,010 mg Pb^{2+} oraz te same ilości odczynników.

5.2.5. Oznaczanie czułości jako mikroodczynnika na jon Pb^{2+}

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Octan sodowy cz.d.a., roztwór 0,2n przygotowany wg PN-68/C-06501 p. 3.3.1, oczyszczony od zanieczyszczenia jonami ołowiu przez wytrząsanie z małymi porcjami ditizonu w chloroformie do zaniku różowego zabarwienia roztworu ditizonu.

b) Chloroform lub czterochlorek węgla cz.d.a.

c) Roztwór zawierający jony Pb^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 999.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,0100 g badanego ditizonu rozpuścić w 10 cm³ chloroformu węgla i wymieszać.

Pobrać 5 cm³ otrzymanego roztworu dopełnić do objętości 100 cm³ chloroformem lub czterochlorkiem węgla i powtórnie wymieszać.

Następnie do dwóch jednakowych probówek z doszlifowanymi korkami wprowadzić po 1 cm³ otrzymanego roztworu, dodać 4 cm³ chloroformu i wymieszać. Do jednej z probówek dodać 0,0005 mg Pb^{2+} (0,5 µg) i dopełnić obie probówki roztworem octanu sodowego do objętości 6 cm³.

Badany ditizon odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 15 min wytrząsania szaro-niebieskie zabarwienie warstwy chloroformowej w probówce zawierającej ołów będzie się wyraźnie różniło od zielonkawego zabarwienia warstwy chloroformowej w probówce z roztworem badanego ditizonu bez jonu Pb^{2+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6193-28

- wprowadzono ilościowe oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w chloroformie.

2. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 1742-69 Реактивы Дитизон - norma zgodna.

1. Dotychczasowe normy

Niniejsza norma zastępuje ZN-60/MPCh/N-924, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany: