

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-83
	Odczynniki Dwumetyloglioksym	6193-35
		Zamiast BN-72/6193-35
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

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

Dwumetyloglioksym ma:

a) wzór ogólny $C_4H_8N_2O_2$,

b) wzór strukturalny
$$\begin{array}{c} CH_3 - C - C - CH_3 \\ \parallel \quad \parallel \\ NOH \quad NOH \end{array}$$

c) masa molowa 116,12 g/mol.

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zanieczyszczeń, ustala się dwa gatunki dwumetyloglioksymu:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia dwumetyloglioksymu czystego do analizy:

DWUMETYLOGLIOKSYM cz.d.a. BN-83/6193-35

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwumetyloglioksym powinien mieć postać białego proszku prawie nierozpuszczalnego w zimnej wodzie, słabo rozpuszczalnego w gorącej wodzie, rozpuszczalnego w alkoholu etylowym lub metylowym i w eterze etylowym. Temperatura topnienia dwumetyloglioksymu wynosi $237 \div 241^\circ C$.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość dwumetyloglioksymu, % (m/m), nie mniej niż	99	98
b) Pozostałość po prażeniu (jako siarczany), % (m/m), nie więcej niż	0,05	0,1

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
c) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	0,5 g dwumetyloglioksymu w 50 ml alkoholu etylowego	nie normalizuje się
d) Substancje nierozpuszczalne w alkoholu etylowym, % (m/m), nie więcej niż	0,02	0,05
e) Czułość na jony Ni^{2+} (g/ml)	$4 \cdot 10^{-7}$	nie normalizuje się

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Dwumetyloglioksym należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa opakowań netto: 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 1000 g. Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości dwumetyloglioksymu (3.2a),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany) (3.2b),
- sprawdzenie rozpuszczalności w alkoholu etylowym (3.2c),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym (3.2d),
- oznaczanie czułości (3.2e).

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)

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika gatunek cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii 20 kg,
 - wielkość próbki pierwotnej 100 g,
 - wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczbie próbek jednostkowych,
 - wielkość średniej próbki laboratoryjnej 100 g.
- Liczbę próbek jednostkowych określa się wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości dwumetylogliksymu

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy rektyfikowany lub metylowy cz.d.a.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10 % (m/m).

c) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

d) Siarczan niklawy, roztwór A przygotowany w następujący sposób: 28,52 g siarczanu niklawego ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w 1000 ml wody. 25 ml otrzymanego roztworu przenieść do kolby stożkowej lub zlewki pojemności 500 ml, dodać 200 ml wody, 5 ml roztworu amoniaku i 2 ml kwasu octowego. Jeżeli roztwór jest mętny, należy go przesączyć.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,19 ÷ 0,21 g badanego dwumetylogliksymu odważonego z dokładnością do 0,0001 g rozpuścić w 20 ml gorącego alkoholu etylowego lub metylowego. Do roztworu dodać, ciągle mieszając, roztwór A siarczanu niklawego i pozostawić w spokoju na 2 h. Po odstaniu wytrąconego osadu, roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4. Osad na tyglu przemyć 30 ÷ 40 ml wody zawierającej 2 krople roztworu amoniaku i wysuszyć w 120 °C do stałej masy.

Zawartość dwumetylogliksymu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,80384 \cdot 100}{m} = \frac{80,384 \cdot m_1}{m} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonego dwumetylogliksymianu niklawego, g,

m — odważka badanego dwumetylogliksymu, g,

0,80384 — mnożnik przeliczeniowy masy dwumetylogliksymianu niklawego na masę dwumetylogliksymu, g.

5.3.2. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczany)

5.3.2.1. Odczynniki. Kwas siarkowy (1,84).

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g badanego dwumetylogliksymu zważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym, dodać 1 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i ogrzewać początkowo małym płomieniem palnika (o temperaturze około 300 °C), a pod koniec wyprażyć do stałej masy w temperaturze 800 °C.

Pozostałość po prażeniu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot 100}{2} \quad (2)$$

w którym:

m_2 — masa wyprażonej pozostałości, g,

2 — odważka badanego dwumetylogliksymu, g.

5.3.3. Sprawdzanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 0,5000 g badanego dwumetylogliksymu odważonego z dokładnością do 0,0002 g przenieść ilościowo alkoholem etylowym rektyfikowanym do kolby pomiarowej pojemności 50 ml i lekko ogrzać, dodając porcjami alkohol aż do rozpuszczenia próbki, całość ochłodzić, dopełnić do kreski i wymieszać. Badany dwumetylogliksym odpowiada wymaganiom normy dla odczynnika cz.d.a., jeżeli otrzymany roztwór będzie klarowny i nie będzie zawierał nie rozpuszczonej pozostałości.

Roztwór pozostawić do sprawdzenia czułości odczynnika (roztwór A).

5.3.4. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym. 5,00 g badanego dwumetylogliksymu odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w zlewce pojemności 400 ÷ 500 ml, dodać 250 ml alkoholu etylowego 96 % (m/m) i ogrzewać lekko do rozpuszczenia. Zawartość zlewki przefiltrować przez uprzednio przemyty 50 ml alkoholu, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość w tyglu przemyć 50 ml alkoholu i wysuszyć do stałej masy w temperaturze 100 °C w suszarce.

Zawartość (X_2) w procentach substancji nierozpuszczalnych obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_3 \cdot 100}{m_4} \quad (3)$$

w którym:

m_3 — masa substancji nierozpuszczalnych po wysuszeniu,

m_4 — masa odważki badanego dwumetylogliksymu.

5.3.5. Oznaczanie czułości na jony Ni^{2+}

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy 96 % (m/m).

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 10 % (m/m).

c) Jod 1 % (m/m), roztwór w alkoholu etylowym.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ni^{2+} przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony w stosunku

10 + 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego B zawiera 0,01 mg Ni^{2+} .

Roztwór rozcieńczony powinien być świeżo przygotowany przed użyciem.

5.3.5.2. Aparatura i materiały pomocnicze

a) Spektrofotometr o widzialnym zakresie promieniowania.

b) Kuwety szklane o grubości warstwy mierzonej równej 1 cm — 2 sztuki.

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. Roztwór wzorcowy B wg 5.3.5.1d) wprowadzić kolejno do czterech kolb pomiarowych pojemności 25 ml w ilościach 0,1, 0,2, 0,4 i 0,6 ml, co odpowiada zawartości 0,001, 0,002, 0,004 i 0,006 mg Ni^{2+} .

Objętość wszystkich czterech kolb dopełnić wodą do 10 ml, wymieszać, dodać kroplami roztworu jodu do trwałego żółtego zabarwienia (około 0,5 ml), następnie

przy ciągłym mieszaniu dodać roztworu amoniaku do zaniku żółtego zabarwienia roztworu i jeszcze 1,25 ml nadmiaru roztworu amoniaku, po czym dodać po 1,25 ml 1 % (m/m) roztworu A badanego odczynnika otrzymanego z oznaczania wg 6.5.3.3, całość dopełnić do kreski wodą, wymieszać.

Po 15 min zmierzyć absorbancję przy długości światła 470 nm, stosując wodę jako odnośnik.

Dla uzyskanych absorbancji narysować na papierze milimetrowym wykres zależności absorbancji od stężenia Ni^{2+} w badanym roztworze A (mg Ni^{2+}).

Badany dwumetyloglioksym odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego zawierającego 0,01 mg Ni^{2+} w 25 ml nie będzie mniejsza niż 0,08, co odpowiada $(\text{Ni}^{2+}) = 4 \cdot 10^{-7}$ g/ml, a wykres będzie prostoliniowy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-72/6193-35

a) wprowadzono oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym,

b) wprowadzono oznaczanie czułości odczynnika zamiast sprawdzenia przydatności odczynnika do kolorymetrii.

3. Normy związane

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

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. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC CT 1752-79 Реактивы. Диметилглиоксим

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

6. Autor projektu normy — mgr Zofia Pacuła i inż. Bożena Dudzik — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.