

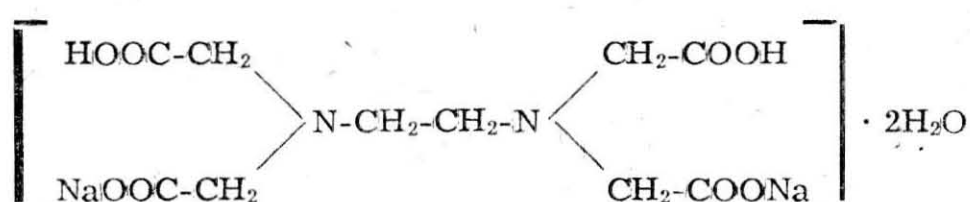
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6193-29
	Wersenian dwusodowy (sól dwusodowa kwasu etyleno-dwuamino-cztero-octowego)	Zamiast BN-71/6193-29 Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wersenian dwusodowy (sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminocztero-octowego) stosowany jako odczynnik w analizie chemicznej.

Wersenian dwusodowy ma:

- a) wzór ogólny: $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$
b) wzór strukturalny:



- c) masę cząsteczkową: 372,24.

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

2.2. Przykład oznaczenia wersenianu dwusodowego czystego do analizy:

WERSENIAN DWUSODOWY cz.d.a. BN-78/6193-29

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Wersenian dwusodowy powinien mieć postać białego, krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie, słabo rozpuszczalnego w alkoholu.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Wersenianu dwusodowego ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$), %	99,5 ÷ 100,5	99 ÷ 100,5	98,5 ÷ 100,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,02
c) pH 5-procentowego roztworu	4 ÷ 5	4 ÷ 5	4 ÷ 5
d) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	nie normalizuje się	
e) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,005
f) Żelaza (Fe^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002	0,005

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki wersenianu dwusodowego oznaczone:

- ch.cz. — chemicznie czysty,
cz.d.a. — czysty do analizy,
cz. — czysty.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa opakowań netto: 25, 50, 100, 250, 500 i 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 1 grudnia 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1979 poz. 27)

w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaj badań

- oznaczanie zawartości wersenianu dwusodowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2d),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2f).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować postanowienia PN-70/C-80047.

Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

d) wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej: 200 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości wersenianu dwusodowego ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 10 przygotowany wg PN-68/C-04950, p. 2.4x).
- Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950, p. 2.4j).
- Sulfarsazen, 0,05-procentowy roztwór przygotowany wg PN-68/C-04950, p. 2.4z).
- Siarczan cynkowy cz.d.a., 0,05M roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,5000 g badanego wersenianu dwusodowego rozpuścić w

100 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu buforowego i 0,1 g mieszaniny czerni eriochromowej T lub 0,4 cm³ roztworu sulfarsazenu.

Roztwór wymieszać i miareczkować roztworem siarczanu cynkowego do fioletowoczerwonego zabarwienia roztworu przy użyciu czerni eriochromowej T lub do oranżoworóżowego zabarwienia roztworu przy użyciu sulfarsazenu.

Zawartość wersenianu dwusodowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01861 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05 M roztworu siarczanu cynkowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m — odważka badanego wersenianu dwusodowego, g,

0,01861 — ilość wersenianu dwusodowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu siarczanu cynkowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego wersenianu dwusodowego rozpuścić w 400 cm³ ciepłej wody i ogrzewać w ciągu 1 h na wrzącej łaźni wodnej. Roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G₄, uprzednio przemyty i wysuszony do stałej masy.

Pozostałość w tyglu przemyć 100 cm³ gorącej wody, po czym wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{20} \quad (2)$$

w którym m₁ — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego wersenianu dwusodowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ i rozpuścić w 95 cm³ destylowanej wody nie zawierającej dwutlenku węgla o temperaturze 80 ÷ 90°C. Po ostudzeniu uzupełnić roztwór wodą do kreski i wykonać oznaczanie potencjometrycznie.

5.3.4. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺)

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

- kwask siarkowy cz.d.a. (1,83),
- kwask azotowy cz.d.a. (1,4),
- kwask solny cz.d.a. (1,18).

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego wersenianu dwusodowego ch.cz. ogrzać z 2 cm³ kwasu siarkowego w tyglu kwarcowym na łaźni piaskowej lub kuchence elektrycznej do odpędzenia dymów kwasu siarkowego, następnie wyprażyć w ciągu 1 h w temperaturze 650°C. Pozosta-

łość rozpuścić w 3 cm³ kwasu solnego i 1 cm³ kwasu azotowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Do pozostałości dodać 0,7 cm³ kwasu solnego, następnie rozpuścić w 20 cm³ gorącej wody, zobojętnić roztwór wodą amoniakalną wobec papierka lakmusowego i dalej postępować wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany wersenian dwusodowy 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 ch.cz. — 0,02 mg Pb²⁺
oraz te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu²⁺)

5.3.5.1. Aparatura, przyrządy i materiały

- Fotokolorymetr lub spektrofotometr.
- Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy, 1-procentowy roztwór, świeżo przygotowany.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cu²⁺.

5.3.5.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. W sześciu kolbach pomiarowych pojemności 50 cm³ umieścić roztwory zawierające w 30 cm³ kolejno: 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 mg Cu²⁺.

Do każdego z roztworów dodać po 5 cm³ roztworu amoniaku i 5 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego. Uzupełnić objętość roztworów wodą do kreski i wymieszać.

Równocześnie należy przygotować roztwór kontrolny nie zawierający miedzi, do którego należy dodać w tej samej kolejności wszystkie odczynniki. Po upływie 5 min należy zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych w odniesieniu do roztworu kontrolnego przy długości fali 430 nm.

Z otrzymanych danych należy sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbancji od ilości miedzi w miligramach w roztworach wzorcowych. Do wyznaczenia każdego punktu krzywej wzorcowej należy wykonać trzy równoległe oznaczania. Krzywa wzorcową powinna być linią prostą przechodzącą przez początek współrzędnych wykresu.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego wersenianu dwusodowego umieścić w zlewce pojemności 100 cm³ i rozpuścić w 30 cm³ wody, ogrzewając na łaźni wodnej w temperaturze 50°C. Po ochłodzeniu roztwór przenieść do kolby

miarowej pojemności 50 cm³, dodać 5 cm³ roztworu amoniaku i 5 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Następnie zmierzyć absorbancję badanego roztworu w odniesieniu do roztworu kontrolnego w sposób opisany przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Z otrzymanej wielkości absorbancji, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość miedzi w miligramach.

Badany wersenian dwusodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zawartość miedzi będzie nie większa niż:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,010 mg Cu²⁺,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,020 mg Cu²⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cu²⁺.

Dopuszcza się zakończenie oznaczania na podstawie oceny wizualnej.

5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe²⁺)

5.3.6.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-75/C-04521.02 p. 3.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521.02 p. 4.

5.3.6.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 i 5 cm³ roztworu wzorcowego roboczego Fe²⁺, co odpowiada 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg Fe²⁺. Uzupełnić objętość wodą w poszczególnych kolbach do 50 cm³, dodać 0,2 cm³ roztworu kwasu solnego i 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, po upływie 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego), 10 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyli, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Po 30 min zmierzyć absorbancję roztworów przy długości fali 522 nm. Z otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych — zawartości żelaza w miligramach.

Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydyli z dodatkiem tych samych ilości roztworów odczynników co przy sporządzeniu roztworów wzorcowych, lecz bez dodatku roztworu wzorcowego żelaza.

5.3.6.4. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego wersenianu dwusodowego dla odczynnika ch.cz., 2,00 g dla odczynnika cz.d.a. lub 1,00 g dla odczynnika cz. umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, rozpuścić w 30 cm³ wody, podgrzać roztwór na łaźni wodnej o temperaturze 50°C. Po ostudzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dalej postępować wg PN-75/C-04521.02, p. 7.

Z otrzymanych wielkości absorbancji, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000} = \frac{m}{m_1 \cdot 10} \quad (3)$$

w którym:

- m — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m_1 — odważka badanego wersenianu dwusodowego, g.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości żelaza wg PN-75/C-04521.02, p. 8.

Badany wersenian dwusodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego jest równa lub mniejsza od absorbancji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,025 mg Fe^{2+} ,
 - dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg Fe^{2+} ,
 - dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{2+}
- oraz te same ilości odczynników.

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-71/6193-29

- a) wprowadzono do normy gatunek cz.,
- b) zastrzono wymagania dotyczące zawartości substancji podstawowej dla gatunku ch.cz.,
- c) zmieniono metody oznaczania zawartości miedzi i żelaza.

3. Normy związane

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

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

PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

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-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Normy międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem normy RWPG СТ СЭВ 373-76 Реактивы. Динатриевая соль этилендиаминтетрааксисной кислоты (ди- Na -ЭДТА)

5. Symbole wg SWW

- ch.cz. — 1331-43,
- cz.d.a. — 1331-11,
- cz. — 1331-42.