

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Odczynniki Jod	6191-94
		Zamiast BN-70/6191-94
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest jod, stosowany jako odczynnik chemiczny:

Jod ma:

- a) wzór chemiczny J_2 ,
- b) masę molową 253,81 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki jodu, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczania jodu czystego do analizy:

JOD cz.d.a. BN-89/6191-94

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Jod powinien być substancją krystaliczną barwy ciemnofioletowej z połyskiem metalicznym, prawie nierozpuszczalną w wodzie, rozpuszczalną w rozpuszczalnikach organicznych i w wodnych roztworach jodków potasowców.

3.2. Wymagania szczegółowe — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a	cz.
a) Zawartość jodu (J_2), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,8	99,5
b) Substancji nielotnych, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Chloru (Cl_2) i bromu (Br_2) (jako Cl^-), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Jod należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/

C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami w transporcie kolejowym i drogowym¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła brunatnego typu POCH wg BN-84/6833-23, zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego, wyłożonymi podkładkami polietylenowymi lub innymi chemicznie odpornymi wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo powinny być zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3, umieszczając dodatkowo napis „Ostrożnie — środek szkodliwy” pod nazwą odczynnika w języku angielskim (jod zaliczony jest do Wykazu B Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej)¹⁾.

4.2.3. Opakowania transportowe dla słoje stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06.

Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym np. folią pęcherzykową „pneumopak” lub innym podobnym i ustawiać w skrzynkach w jednej warstwie.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.4, 2.4.10.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych — wg PN-87/C-80001 p. 4.2.1.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne” w Lublinie
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 września 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1990, poz. 11)

4.3. Przechowywanie. Jod należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych (temperatura nie wyższa niż 30°C, wilgotność nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania wynosi: dla skrzynek drewnianych 4.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Jod nie podlega przepisom RID/ADR. Opakowany wg 4.2 można przewozić transportem kolejowym lub samochodami, zgodnie z odpowiednimi przepisami transportowymi¹⁾. Dopuszczalna liczba warstw ładowania wynosi: dla skrzynek drewnianych 4.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości jodu (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nietlotnych (3.2b),
- oznaczanie zawartości chloru i bromu (jako Cl⁻) (3.2c).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg jodu.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, natomiast próbki odczynnika w gatunku cz. zgodnie z PN-67/C-04500.

Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne. Najmniejsza wielkość zarówno próbki pierwotnej jak i próbki średniej powinna wynosić 100 g.

Tablica 2

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

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości zwaną w dalszej treści normy wodą.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki jodu wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2. Rozpuszczalność określić zgodnie z PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości jodu

5.4.3.1. Zasada metody. Zawartość jodu oznacza się jodometrycznie, miareczkując roztwór jodu w jodku

potasowym za pomocą mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego wobec skrobi jako wskaźnika.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy.
- Kwas solny roztwór 25%(m/m).
- Skrobia, roztwór 1%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.61.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.11.2.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 3 g jodku potasowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, umieścić w naczynku wagowym i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Do naczynka wsypać około 0,4 g próbki jodu i ponownie zważyć z tą samą dokładnością. Następnie zawartość naczynka zwilżyć 5 ml wody i pozostawić do rozpuszczenia jodu, po czym wrzucić naczynko do kolby stożkowej pojemności 200 ml z doszlifowanym korkiem, zawierającej 100 ml wody i 7 ml roztworu kwasu solnego (5.4.3.2b), wymieszać i miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi. Miareczkowanie prowadzić do odbarwienia roztworu.

Równolegle z oznaczaniem należy przeprowadzić ślepą próbę. Do kolby stożkowej pojemności 200 ml odmierzyć 100 ml wody, dodać, 3 g jodku potasowego z dokładnością do 0,01 g i 7 ml roztworu kwasu solnego, wymieszać. Miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego w taki sam sposób jak roztwór próbki jodu.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość jodu (X_1) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,01269 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

- V_2 — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego, o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,
- V_1 — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
- m_1 — masa odważki próbki jodu, g,
- 0,01269 — ilość jodu odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,3%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nietlotnych. Odważyć 30 g próbki jodu z dokładnością do 0,01 g, umieścić w parownicy kwarcowej i wykonać oznaczanie wg PN-78/C-04957.

Próbka jodu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nietlotnej nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. — 3 mg,
- dla odczynnika cz. — 9 mg.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chloru i bromu jako Cl^- **5.4.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518**

p. 2.3.1 oraz:

- a) Azotyn sodowy, roztwór 10%(m/m).
- b) Kwas azotowy, roztwór 25%.
- c) Kwas siarkowy, roztwór (1+1).
- d) Nadtlenek wodoru, roztwór 30%(m/m).
- e) Pirosiarczyn potasowy, roztwór 0,5%(m/m).
- f) Papierek jodaskrobiowy, przygotowany wg

PN-89/C-06500 p. 2.2.52.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,5 g próbki jodu z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 ml, dodać 50 ml roztworu pirosiarczynu potasowego i ogrzewać na elektrycznej płycie grzejnej do całkowitego rozpuszczenia i usunięcia głównej masy jodu (do lekko żółtego zabarwienia roztworu), zachowując objętość roztworu około 35 ml przez dodawanie wody. Następnie dodać 4 ml roztworu kwasu siarkowego, 3 ml roztworu azotynu sodowego i ogrzewać aż do odbarwienia się roztworu i całkowitego rozłożenia azotynu sodowego (sprawdzić papierkiem jodaskrobiowym), w miarę odparowywania uzupełniać roztwór wodą do objętości około 35 ml.

Następnie wykonać oznaczanie wg PN-82/C-04518 p. 2.3.3.

Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

Próbka jodu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie roztworu badanego powstałe po upływie 15 min jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie, w taki sam sposób jak roztwór badany i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Cl^- ,dla odczynnika cz. — 0,050 mg Cl^- .

5.5. Ocena wyników badań. Partię jodu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki jodu pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii jodu producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne”, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6191-94

- a) dostosowano wymagania do wymagań firm światowych,
- b) wprowadzono poprawkę przy oznaczaniu zawartości głównego składnika,
- c) uaktualniono sposób wyrażania stężeń i jednostki objętości.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukujących (redoks)

PN-78/C-04957 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości nietolnej

PN-89/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastifikowanego polichlorku winylu. Szeregi wymiarowe

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. nr 2, poz. 9 z 1964 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz.TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Symbol wg SWW

dla gatunku cz.d.a. — 1331-11,

dla gatunku cz. — 1331-42.

5. Autor projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub — Lubelskie Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Odczynniki Chemiczne” — Lublin.