

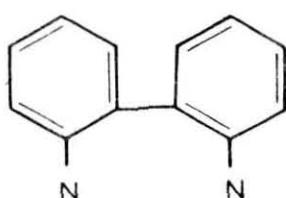
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Odczynniki organiczne 2,2'-Dwupirydył	6193-21
		Zamiast BN-70/6193-21
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest 2,2'-dwupirydył stosowany jako odczynnik chemiczny do oznaczania śladowych ilości żelaza i molibdenu.

2,2'-Dwupirydył ma:

- wzór sumaryczny $C_{10}H_8N_2$
- wzór strukturalny



- masę molową 156,19 g/mol,
- inne nazwy — 2,2-dwupirydyna.

2. OZNACZENIE

W normie ustala się jeden gatunek 2,2'-dwupirydyłu oznaczony: cz.d.a. — czysty do analizy.

Przykład oznaczenia 2,2'-dwupirydyłu czystego do analizy:

2,2'-DWUPIRYDYŁ cz.d.a. BN-87/6193-21

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 2,2'-Dwupirydył powinien mieć postać krystalicznego proszku, białego z lekko żółtym odcieniem, słabo rozpuszczalnego w wodzie, dobrze rozpuszczalnego w alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunek cz.d.a.
a) Zawartość 2,2'-dwupirydyłu, $\%(m/m)$	99,5÷101
b) Rozpuszczalność w kwasie solnym o $c(HCl) = 0,1 \text{ mol/l}$	wg 5.3.4
c) Temperatura topnienia, $^{\circ}C$	69÷72 (w przedziale $2^{\circ}C$)
d) Czulość na jony Fe^{2+} , g $Fe^{2+}/1 \text{ ml}$	$1 \cdot 10^{-7}$
e) Pozostałość po prażeniu (jako popiół siarczanowy), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,2
f) Jednorodność chromatograficzna	wg 5.3.8

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. 2,2'-Dwupirydył należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 oraz zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje ze szkła oranżowego wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną chemicznie odporną podkładką.

Masa netto: 0,1, 1, 2, 5, 10 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Opakowania transportowe stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06, odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100, odpowiednio dla grupy 2, klasy 3 i odmiany 1. Pojedyncze słoiki w skrzynkach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.2.3 i PN-76/O-79251.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3 oraz przepisami RID/ADR, umieszczając dodatkowo:

- znak niebezpieczeństwa dla materiałów niebezpiecznych (nalepka wg wzoru 6.1 A RID/ADR),
- znaki manipulacyjne PN-85/O-79252, p. 2.4.3 i 2.4.4,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 października 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1988, poz. 2)

c) liczbę warstw ładowania — 2 warstwy — dla przesylek drobnicowych,

d) liczbę warstw składowania — 3 warstwy.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. 2,2'-Dwupirydydyl należy przechowywać w magazynach krytych i suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%.

Liczba warstw składowania — 3 warstwy.

4.5. Okres gwarancji 2,2'-dwupirydydylu — 2 lata.

4.6. Transport. 2,2'-Dwupirydydyl jest materiałem niebezpiecznym kl. 6.1 lm 601 p. 24 c RID oraz kl. 6.1 lm 2601 p. 24 c ADR.

Opakowany wg 4.2 należy przewozić zgodnie z przepisami RID/ADR.

Liczba warstw ładowania — 3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości 2,2'-dwupirydydylu (3.2a),
- c) oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (3.2b),
- d) oznaczanie temperatury topnienia (3.2c),
- e) oznaczanie czułości na jony Fe^{2+} (3.2d),
- f) oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako popiół siarczanowy) (3.2e),
- g) oznaczanie jednorodności chromatograficznej (3.2f).

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

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 10 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny 2,2'-dwupirydydylu sprawdzić wizualnie, rozpuszczalność: 1 g w 200 ml wody, w temperaturze pokojowej, 1 g w 50 ml alkoholu etylowego.

5.3.3. Oznaczanie zawartości 2,2'-dwupirydydylu

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Fiolet krystaliczny, 0,5%(m/m) roztwór w kwasie octowym lub α -naftylobenzoina, 0,2%(m/m) roztwór w kwasie octowym lodowatym.

b) Chlorek rtęciowy (HgCl_2), 3%(m/m) roztwór w kwasie octowym lodowatym.

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg 'PN-81/C-04530/01 p. 22.

d) Bezwodnik kwasu octowego.

e) Kwas octowy o zawartości 99,5%.

f) Kwas nadchlorowy 50%(m/m) lub 70%(m/m) o oznaczanej w następujący sposób procentowej zawartości: odważyć do ampułki około 5 g, z dokładnością do 0,0002 g, kwasu nadchlorowego 50%(m/m) lub około 2,5 g, z dokładnością do 0,0002 g, kwasu nadchlorowego 70%(m/m).

Ampułki wprowadzić do kolb stożkowych pojemności 250 ml, dodać 50 ml wody i dwie krople roztworu fenoloftaleiny. Ampułki rozbić dokładnie, całość wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia roztworu.

Zawartość (X) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0100459}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ zużyta do miareczkowania, ml,

0,0100459 — ilość kwasu nadchlorowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego $c(\text{NaOH}) = 1,0 \text{ mol/l}$, g,

m — odważka analizowanej próbki kwasu nadchlorowego, g.

5.3.3.2. Przygotowanie roztworu kwasu nadchlorowego o stężeniu $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Obliczyć ilość g kwasu nadchlorowego (X_1) o oznaczonej uprzednio procentowej zawartości, potrzebna do sporządzenia roztworu kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{20,0918 \cdot 100}{X \cdot \rho} \quad (2)$$

w którym:

20,0918 — ilość g kwasu nadchlorowego ściśle 70%(m/m), potrzebna do sporządzania roztworu kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, g,

X — procentowa zawartość kwasu nadchlorowego, %(m/m),

ρ — gęstość kwasu nadchlorowego, g/ml.

Obliczyć ilość g (X_2) bezwodnika kwasu octowego potrzebnego do uzyskania bezwodnego środowiska sporządzonego kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{(100 - X)X_1 \cdot 102,09}{100 \cdot 18 \cdot 1,082} = (100 - X)X_1 \cdot 0,052418 \quad (3)$$

w którym:

X — procentowa zawartość kwasu nadchlorowego, %(m/m),

X_1 — ilość kwasu nadchlorowego potrzebna do sporządzenia roztworu kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, g,

102,09 — masa molowa bezwodnika kwasu octowego, g,

18,0 — masa molowa wody, g,

1,082 — gęstość bezwodnika kwasu octowego, g/ml.

Obliczoną ilość kwasu nadchlorowego (X_1) przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dodać część kwasu octowego lodowatego, ostrożnie stale mieszając, aby nie dopuścić do przegrzania mieszaniny, a następnie obliczoną ilość bezwodnika kwasu octowego (X_2), całość dopełnić kwasem octowym lodowatym do kreski.

Oznaczyć miano kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ w następujący sposób: odważyć $0,15 \div 0,16 \text{ g}$, odważoną z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, uprzednio wyprażonego w 300°C węglanu sodowego rozpuścić w suchej kolbie stożkowej pojemności 200 ml w 50 ml kwasu octowego lodowatego i miareczkować przygotowanym roztworem kwasu nadchlorowego wobec fioletu krystalicznego lub α -naftylobenzoiny do wyraźnej zmiany barwy na zielonożółtą.

Równolegle wykonać ślepą próbę miareczkując 50 ml kwasu octowego lodowatego. Obliczyć miano sporządzonego roztworu kwasu nadchlorowego wg wzoru

$$\text{miano} = \frac{m_1 \cdot 1000}{52,9944 \cdot V_1} = \frac{m_1 \cdot 19,0496}{V_1} \quad (4)$$

w którym:

- m_1 — odważka węglanu sodowego, g,
- 52,9944 — gramorównoważnik węglanu sodowego, g,
- V_1 — objętość kwasu nadchlorowego zużyta do miareczkowania, ml.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 0,5 g badanego 2,2'-dwupirydyłu, odważonego z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml. Odważyć rozpuścić w 50 ml kwasu octowego lodowatego, dodać 5 ml roztworu chlorku rtęciowego, 2 ml bezwodnika kwasu octowego i miareczkować roztworem kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ w obecności trzech kropli roztworu fioletu krystalicznego do zmiany zabarwienia roztworu na kolor zielonożółty.

5.3.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość 2,2'-dwupirydyłu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_2 \cdot 0,015619}{m_2} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

- V_2 — objętość roztworu kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania, ml,
- 0,015619 — ilość 2,2'-dwupirydyłu odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu nadchlorowego o $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, g,
- m_2 — odważka badanego 2,2'-dwupirydyłu, g.

5.3.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,02%.

5.3.4. Oznaczanie rozpuszczalności.

5.3.4.1. Odczynniki. Kwas solny roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1 g 2,2'-dwupirydyłu, odważonego z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml i dodać 10 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, a następnie dopełnić do 100 ml wodą destylowaną nie zawierającą jonów żelaza. Całość dobrze wymieszać. Roztwór powinien być klarowny i bezbarwny z dopuszczalnym lekko różowym odcieniem, nie powinien zawierać części nierozpuszczalnych.

Roztwór pozostawić do oznaczania czułości na jony Fe^{2+} wg 5.3.6.

5.3.5. Oznaczanie temperatury topnienia. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać zgodnie z PN-70/C-04956 lub na aparacie Boetius, zgodnie z instrukcją jego obsługi.

5.3.6. Oznaczanie czułości na jony Fe^{2+}

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy żelaza Fe^{3+} o stężeniu $1 \cdot 10^{-5} \text{ g Fe}^{3+}/1 \text{ ml}$ przygotowany przez rozcieńczenie 1+99 roztworu wzorcowego o stężeniu $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Fe}^{3+}/1 \text{ ml}$, sporządzonego wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.74.

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy, 10%(m/m) roztwór.

c) Octan sodowy, 30%(m/m) roztwór o pH około 4.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Przygotować cztery próbki kolorymetryczne z bezbarwnego szkła.

Do próbek wprowadzić kolejno: 0, 0,05, 0,1, 0,2 ml przygotowanego wzorca żelaza, a następnie po 1 ml roztworu hydroksyloaminy chlorowodoru, po 10 min dodać po 0,5 ml roztworu 2,2'-dwupirydyłu przygotowanego wg 5.3.4.2, dopełnić do 10 ml 30% roztworem octanu sodowego i dobrze wymieszać. Roztwory oglądać w świetle przechodzącym na białym tle.

Badana próba 2,2'-dwupirydyłu odpowiada wymaganiom normy, jeżeli występuje wyraźna gradacja zabarwień, a roztwór zawierający 0,1 ml wzorca żelaza jest wyraźnie różowy.

5.3.7. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako popiół siarczanowy). Odważyć około 0,5 g, z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, badanego 2,2'-dwupirydyłu i umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu porcelanowym, zwilżyć 1 ml stężonego kwasu siarkowego, odparować do sucha na kuchence elektrycznej, po czym ostrożnie spalić i następnie wyprażyć do stałej masy w piecu elektrycznym, w temperaturze $650 \div 700^\circ\text{C}$. Po wychłodzeniu w eksykatorze tygiel zważyć i obliczyć w procentach zawartość pozostałości (X_4) po prażeniu wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_4}{m_3} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

- m_4 — masa pozostałości po prażeniu 2,2'-dwupirydyłu, g,
- m_3 — masa odważonego 2,2'-dwupirydyłu, g.

5.3.8. Oznaczanie jednorodności chromatograficznej

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Octan etylu.
- b) Pirydyna.

e) Roztwór rozwijający przygotowany przez zmieszanie octanu etylu, pirydyny i wody w stosunkach objętościowych 70+30+10.

Roztwór rozwijający powinien być przygotowany co najmniej na 24 h przed wprowadzeniem do komory chromatograficznej i nie powinien być przechowywany dłużej niż 20 dni.

d) 2,2'-dwupirydył, 1%(m/m) roztwór w alkoholu etylowym.

e) Chlorowodorek hydroksyloaminy.

f) Chlorek żelazowy (FeCl₃).

g) Roztwór wywołujący przygotowany w następujący sposób: przygotować roztwór A: 0,1%(m/m) roztwór wodny chlorku żelazowego FeCl₃; roztwór można przechowywać 1 miesiąc. Pobrać 5 ml roztworu A i dodać 0,1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, całość dopełnić do 25 ml i dobrze wymieszać — roztwór B. Roztwór B jest nietrwały i należy go sporządzać przed każdą analizą.

5.3.8.2. Materiały pomocnicze

a) Komora chromatograficzna wyłożona bibułą.

b) Płytkę chromatograficzną o rozmiarach 25×5 mm, pokryta 0,25 mm warstwą żelu krzemionkowego Kieselgel G (Merck), wysuszona uprzednio w ciągu 24 h, w temperaturze pokojowej.

c) Strzykawka lub mikropipeta pojemności 5 µl.

d) Rozpylacz.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. Na płytce chromatograficznej zaznaczyć punkty startu w odległości 2 cm do dolnego brzegu płytki oraz odległość drogi roztworu rozwijającego w odległości 10 ÷ 12 cm od punktu startu. Na oznaczone punkty startowe nanieść 5 µl 1,0%(m/m) roztworu badanego 2,2'-dwupirydyłu. Odparować w temperaturze pokojowej rozpuszczalnik z naniesionej plamy i płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, do której uprzednio wprowadzono roztwór rozwijający w takiej ilości, aby płytka była zanurzona do wysokości 1 cm.

Chromatogram rozwijać tak długo, aż czoło roztworu rozwijającego osiągnie zaznaczoną długość drogi.

Płytkę wyjąć, wysuszyć w temperaturze pokojowej i następnie spryskać roztworem wywołującym. Obliczyć współczynnik (R_F) występujących na chromatogramie plam wg wzoru

$$R_F = \frac{X_p}{X_r} \quad (7)$$

w którym:

X_p — odległość środka plamy od punktu startu, cm,

X_r — odległość czoła roztworu rozwijającego od punktu startu, cm.

Badany 2,2'-dwupirydył odpowiada wymaganiom normy, jeżeli na chromatogramie wystąpi jedna plama koloru różowego o $R_F = 0,52 \pm 0,07$.

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-70/6193-21

a) wprowadzono oznaczanie zawartości 2,2'-dwupirydyłu,

b) wprowadzono oznaczanie rozpuszczalności w kwasie solnym,

c) wprowadzono oznaczanie jednorodności chromatograficznej.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

PN-70/C-04956 Odczynniki. Oznaczanie temperatury topnienia

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-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłatowe czterowieściowe bez skrzydeł, drewniane 800×1200 — EUR

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

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.)

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

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.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik nr 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS). (Dz. TiZK nr 7 poz. 35 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz. U. nr 67 poz. 301 z 1983 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik B do konwencji o międzynarodowym przewozie kolejami (COTiF). (Dz. TiZK nr 7 poz. 44 z 1985 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

4. Symbol wg SWW — 1331-11.

5. Autor projektu normy — inż. Bożena Dudzik — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.