

SRODKI POMOCNICZE	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-75</b> <b>6066-02</b>
	<b>Ksantogeniany sodowe do celów flotacyjnych</b>	Grupa katalogowa X 95

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są ksantogeniany sodowe otrzymywane w wyniku reakcji chemicznej mieszaniny sproszkowanego wodorotlenku sodowego i odpowiedniego alkoholu z dwusiarczkiem węgla. Ksantogeniany działają na organizm człowieka trująco, są łatwo palne i wybuchowe. Niebezpieczeństwo zatrucia i pożaru stwarza zawarty w nich wolny dwusiarek węgla. Ksantogeniany rozkładają się przy dostępie powietrza, wody i w podwyższonej temperaturze. Produkty rozkładu, a zwłaszcza dwusiarek węgla, pogarszają warunki bezpieczeństwa i higieny pracy.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Ksantogeniany sodowe stosowane są w procesie flotacji rud metali nieżelaznych.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Rodzaje.** Rozróżnia się dwa rodzaje ksantogenianów sodowych do celów flotacyjnych:

- etylo-ksantogenian sodowy ( $C_2H_5OCSSNa$ ),
- amylo-ksantogenian sodowy ( $C_5H_{11}OCSSNa$ ).

**2.2. Przykład oznaczenia etylo-ksantogenianu sodowego:**

ETYLO-KSANTOGENIAN SODOWY BN-75/6066-02

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Etylo-ksantogenian sodowy powinien mieć postać proszku krystalicznego o barwie od jasnożółtej do pomarańczowej, a amylo-ksantogenian sodowy powinien mieć postać proszku krystalicznego lub konsystencję ciastowatą o barwie od żółtej do żółtobrązowej.

**3.2. Wymagania chemiczne** — wg tabl. 1.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych  
METALE

Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE dnia 18 sierpnia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1976 r. (Dz. Norm. i Miar nr 23/1975 poz. 82)

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	Etylo-ksantogenian sodowy	Amylo-ksantogenian sodowy
a) Ksantogenianu, %, co najmniej	75,0	75,0
b) Wolnego dwusiarczku węgla, %, najwyżej	0,08	1,0
c) Siarczku sodowego, %, najwyżej	1,5	1,5
d) Trójtlenku węgla sodowego, %, najwyżej	2,0	2,0
e) Wolnego wodorotlenku sodowego, %, najwyżej	1,5	2,5
f) Tiosiarczku sodowego, %, najwyżej	3,0	2,0

**3.3. Trwałość.** Ksantogeniany sodowe przy zachowaniu warunków pakowania i przechowywania wg rozdz. 4 powinny odpowiadać wymaganiom według 3.1 i 3.2 w ciągu 6 tygodni od daty produkcji.

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Ksantogeniany sodowe należy pakować do bębnow metalowych (typ 2, rodzaj 3, odmiana 5 wg BN-69/5046-01), zaopatrzonych w szczelne zamknięcia.

Masa netto bębna — do 150 kg.

Znakowanie bębnow należy wykonać wg PN-67/O-79252, umieszczając na każdym bębnie co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórcy,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- napisy: „Uwaga! Ostrożnie przetaczać! Materiał łatwo palny i wybuchowy! Przechowywać w chłodnym i suchym miejscu! Zużyć w ciągu 6 tygodni od daty produkcji!”

Ponadto zgodnie z Rozporządzeniem w sprawie oznaczania substancji trujących na każdym bębnie należy umieszczać napis: „Uwaga! Środek szkodliwy!”.

**4.2. Przechowywanie.** Ksantogeniany sodowe należy przechowywać w pomieszczeniu zamkniętym, wentylowanym i zaopatrzonym w gazoszczelne oświetlenie. Średnia dobową temperatura nie powinna przekraczać 20°C. Dopuszcza się przechowywanie opakowań z ksantogenianami sodowymi na otwartym powietrzu pod zadaszeniem. Czas przechowywania produktu nie powinien przekraczać 6 tygodni od daty produkcji.

W przypadku naruszenia warunków przechowywania ksantogeniany sodowe rozkładają się intensywniej i podany na opakowaniu termin zużycia ulega odpowiedniemu skróceniu.

**4.3. Transport.** Ksantogeniany sodowe należy przewozić krytymi środkami transportu z zachowaniem warunków przewidzianych w Przepisach o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych oraz w Rozporządzeniu w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (dla materiałów stałych zapalnych klasa III b).

Bębny z ksantogenianem sodowym należy ułożyć w jednej warstwie i zabezpieczyć przed przesuwaniami się w czasie transportu.

## 5. BADANIA

### 5.1. Program badań

**5.1.1. Badania pełne** polegają na sprawdzeniu zgodności z wszystkimi wymaganiami wymienionymi w 3.1 i 3.2.

Badania pełne należy wykonywać w przypadku analiz rozjemczych, przy kontroli okresowej, która powinna być wykonana co najmniej raz na kwartał oraz na życzenie odbiorcy.

**5.1.2. Badania niepełne** polegają na sprawdzeniu:

- a) wymagań ogólnych (3.1),
- b) zawartości ksantogenianu (3.2a),
- c) zawartości wolnego dwusiarczku węgla (3.2b).

Badaniom niepełnym należy poddać każdą partię ksantogenianów sodowych.

**5.2. Wielkość partii.** Partię stanowi jednorazowa wysyłka ksantogenianu sodowego tego samego rodzaju w ilości do 34 bębnow przy transporcie samochodowym oraz do 80 bębnow przy transporcie kolejowym.

**5.3. Pobieranie próbek.** Próbkę należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500.

Z każdej partii podlegającej badaniom należy wybrać do pobrania próbek w sposób losowy, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań podaną w tabl. 2, które będą stanowiły próbki pierwotne.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	4
16 ÷ 63	5
powyżej 63	6

Próbki te należy pobierać z każdego wybranego bębna próbnikiem nr 14 do produktów sypkich o średnicy  $D = 20$  mm wg PN-74/C-60008, zagłębiając go do dna.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 500 g.

## 5.4. Opis badań

### 5.4.1. Wytyczne ogólne

5.4.1.1. **Czystość odczynników.** Jeżeli nie podano inaczej, należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. i wodę destylowaną.

5.4.1.2. **Wynik.** Za wynik należy przyjmować średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń o rozbieżności nie przekraczającej dopuszczalnych różnic.

Średnie wyniki oznaczeń należy zaokrąglać zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

5.4.2. **Sprawdzenie wymagań ogólnych** należy przeprowadzić niezbrojonym okiem na próbce ogólnej.

### 5.4.3. Oznaczanie zawartości ksantogenu

5.4.3.1. **Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w wodzie i acetonie, oddzielenie zanieczyszczeń za pomocą chlorku barowego i chlorku cynkowego, rozłożenie ksantogenu kwasem solnym i odmiareczkowanie nadmiaru kwasu roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego.

#### 5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
- Chlorek cynkowy, roztwór 10-procentowy.
- Kwas solny (1,18) i roztwór 0,1 N.
- Wodorotlenek sodowy lub potasowy, roztwór 0,1 N.
- Aceton.
- Zieleń bromokrezolowa (błękit), roztwór 0,1-procentowy w 20-procentowym alkoholu etylowym.
- Siarczan miedziowy, roztwór 1-procentowy.

5.4.3.3. **Wykonanie oznaczania.** Odważyć 0,2 g próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w możliwie małej ilości wody, dodać 50 cm<sup>3</sup> acetonu, 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego, 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku cynkowego i odstawić na 10 min. Po upływie tego czasu odsączyć osad przez średni sączek zwilżony acetonem. Osad na sączku przemyć 4 ÷ 5 razy acetonem do zaniku reakcji na ksantogenian z roztworem siarczanu miedziowego i 2 ÷ 3 krotnie niewielkimi ilościami wody. Przesącz zbierać do suchej kolby stożkowej pojemności 750 cm<sup>3</sup> i dodać do niego 50 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i często mieszać. Po 15 min — w przypadku etylo-ksantogenu sodowego, a po 30 min — w przypadku amylo-ksantogenu sodowego — dodać kilka kropli roztworu zieleni bromokrezolowej i odmiareczkować nadmiar kwasu solnego roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego.

5.4.3.4. **Obliczanie wyników.** Zawartość ksantogenu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $V_1$  — objętość 0,1 N roztworu kwasu solnego odmierzonego do rozpuszczenia,  $\text{cm}^3$ ,  
 $V_2$  — objętość 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru kwasu solnego,  $\text{cm}^3$ ,  
 $K$  — masa ksantogenianu odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$ , 0,1 N roztworu kwasu solnego, g:  
dla etylo-ksantogenianu sodowego  $K = 0,01442$  g,  
dla amylo-ksantogenianu sodowego  $K = 0,01862$  g,  
 $m$  — odważka próbki, g.

**5.4.3.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,5%.

#### **5.4.4. Oznaczanie zawartości wolnego dwusiarczku węgla**

**5.4.4.1. Zasada oznaczania.** Wyekstrahowanie dwusiarczku węgla z próbki selektywnym rozpuszczalnikiem organicznym i pomiar ekstynkcji barwnego związku dwuetylodwutiokarbaminianu miedziowego.

##### **5.4.4.2. Aparatura**

- Wirówka laboratoryjna na 8, 16 lub 24 próbki.
- Próbki z polietylenu z przykrywkami.
- Kolorymetr lub spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego.

##### **5.4.4.3. Odczynniki i roztwory**

- Octan miedziowy.
- Dwuetyloamina.
- Alkohol etylowy, rektyfikowany.
- Benzyna apteczna wolna od dwusiarczku węgla (próbna z roztworem wiążącym).
- Roztwór wiążący dwusiarczek węgla: 0,1 g octanu miedziowego rozpuścić w 5  $\text{cm}^3$  wody, dodać 5  $\text{cm}^3$  świeżo destylowanej dwuetyloaminy, dopełnić roztwór do objętości 1  $\text{dm}^3$  alkoholem etylowym, i wymieszać. Roztwór należy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu, co zapewnia trwałość odczynnika w ciągu kilku tygodni.

f) Dwusiarczek węgla cz.d.a. lub techniczny oczyszczony w następujący sposób: techniczny dwusiarczek węgla wytrząsać w butelce z dobrze doszlifowanym korkiem w ciągu 3 godz z trzema porcjami 0,5-procentowego roztworu nadmanganianu potasowego (co godzinę dodawać 1 porcję), a następnie dwukrotnie po 6 godz z rtęcią oraz 0,25-procentowym roztworem siarczanu rtęciowego; następnie suszyć go bezwodnym chlorkiem wapniowym; oczyszczony i osuszony dwusiarczek węgla przedestylować na łaźni wodnej, której temperatura nie może przekraczać  $55 \div 65^\circ\text{C}$ .

Przy pracy z dwusiarczkiem węgla należy pamiętać o jego niezwykle trujących własnościach i szczególnej łatwopalności.

g) Roztwór wzorcowy dwusiarczku węgla: do kolby pomiarowej pojemności 100  $\text{cm}^3$  wypełnionej do  $\frac{2}{3}$  objętości benzyną apteczną i zważonej z do-

kładnością do 0,0002 g dodać 1 ÷ 2 kropli dwusiarczku węgla, kolbę zamknąć doszlifowanym korkiem, zważyć ponownie i dopełnić benzyną do kreski.

Stężenie dwusiarczku węgla ( $K$ ) w  $\text{g/cm}^3$  obliczyć według wzoru

$$K = \frac{m_1 - m_2}{100}$$

w którym:

$m_1$  — masa kolby pomiarowej po dodaniu dwusiarczku węgla, g,

$m_2$  — masa kolby pomiarowej przed dodaniem dwusiarczku węgla, g.

**5.4.4.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do 11 kolb pomiarowych pojemności 25  $\text{cm}^3$  zawierających po 10  $\text{cm}^3$  roztworu wiążącego odmierzyć pipetą kolejno: 0,1; 0,3; 0,6; 0,9; 1,2; 1,5; 1,8; 2,1; 2,4; 2,7 i 3,0  $\text{cm}^3$  roztworu wzorcowego dwusiarczku węgla i dopełnić do kreski roztworem wiążącym. Zawartość kolb starannie wymieszać, odstawić na 20 min i następnie wykonać pomiar ekstynkcji roztworów w świetle widzialnym przy długości fali 430 nm lub w przypadku kolorymetru przy filtrze fioletowym w odniesieniu do roztworu wiążącego, zawierającego równoważne ilości benzyny (np. dla 0,6  $\text{cm}^3$  roztworu wzorcowego — 0,6  $\text{cm}^3$  benzyny). Każdy pomiar niezbędny do wykreślenia krzywej wzorcowej należy wykonać co najmniej trzykrotnie z trzech oddzielnie przygotowanych roztworów wzorcowych. Na podstawie średnich wyników należy wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odczytanych odpowiednie zawartości dwusiarczku węgla w gramach, a na osi rzędnych odpowiadające im wartości absorpcji.

Zawartość dwusiarczku węgla w próbkach wzorcowych ( $C$ ) obliczyć w gramach według wzoru

$$C = K \cdot V$$

w którym:

$K$  — stężenie dwusiarczku węgla w roztworze wzorcowym,  $\text{g/cm}^3$ ,

$V$  — objętość roztworu wzorcowego,  $\text{cm}^3$ .

**5.4.4.5. Wykonanie oznaczania.** Odważyć szybko 0,5 g próbki w przypadku etylo-ksantogeanianu sodowego lub 0,1 g w przypadku amylo-ksantogeanianu sodowego z dokładnością do 0,001 g. Odważkę umieścić w polietylenowej próbówce, dodać 8  $\text{cm}^3$  benzyny aptecznej, próbkówkę szczelnie zamknąć przykrywką, kilkakrotnie wstrząsnąć i odwirować na wirówce. Ciecz znad osadu zlać ostrożnie do kolby pomiarowej pojemności 50  $\text{cm}^3$  i kolbę zamknąć doszlifowanym korkiem. Operację tę należy powtórzyć w przypadku etylo-ksantogeanianu 3 ÷ 4 razy, a w przypadku amylo-ksantogeanianu sodowego 5 ÷ 6 razy, zbierając ekstrakty do tej samej kolby.

Kolbę z zebranymi ekstraktami dopełnić benzyną do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie odmierzyć 10  $\text{cm}^3$  ekstraktu do kolby pomiarowej pojemności 25  $\text{cm}^3$  zawierającej 10  $\text{cm}^3$  roztworu wiążącego, dopełnić do kreski roztworem wiążącym, wymieszać i odstawić na 20 min w celu całkowitego przereagowania mieszaniny. Po upływie tego czasu przelać część zabarwionego roztworu do kuwety odpowiedniej grubości i zmierzyć absorpcję, stosu-

jąc filtr o maksymalnej przepuszczalności 420 nm lub monochromatyczne światło o długości 430 nm. Jako porównawczy należy stosować roztwór ślepej próby prowadzonej równoległe z badaną próbką, używając zamiast ekstraktu równoważną ilość benzyny.

**5.4.4.6. Obliczanie wyników.** Zawartość wolnego dwusiarczku węgla ( $X_2$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_2 = \frac{b \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $b$  — zawartość dwusiarczku węgla odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- $m$  — odważka próbki odpowiadająca części roztworu pobranej do oznaczenia, g.

**5.4.4.7. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,01%. Zawartość dwusiarczku węgla poniżej 0,01% należy odkreślać jako ślady.

#### 5.4.5. Oznaczanie zawartości siarczku sodowego

**5.4.5.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w wodzie, wytrącenie jonów  $S^{2-}$  w postaci siarczku cynkowego przy użyciu cynkanu sodowego jako odczynnika strącającego i jodometryczne oznaczenie siarczku cynkowego.

##### 5.4.5.2. Aparatura

- a) Wirówka laboratoryjna.
- b) Probówki pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

##### 5.4.5.3. Odczynniki i roztwory

- a) Cynkan sodowy: do 50 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu chlorku cynkowego (w przeliczeniu na sól bezwodną) dodać 50 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego oraz wymieszać.
- b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 5-procentowy.
- c) Jod, roztwór 0,1 N.
- d) Kwas solny (1,18), roztwór 1 + 5.
- e) Tiosarczan sodowy, roztwór 0,1 N.
- f) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

**5.4.5.4. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 2 g próbki z dokładnością do 0,005 g i rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody w probówce wirówkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 5 cm<sup>3</sup> cynkanu sodowego, a następnie odwirować na wirówce laboratoryjnej w ciągu 10 min przy 5000 obr/min.

Po odwirowaniu zlać bardzo ostrożnie ciecz znad osadu, rozetrzeć osad na dnie probówki szklanym pręcikiem, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i dokładnie wymieszać pręcikiem zawartość probówki. Spłukać osad z pręcika kilkoma cm<sup>3</sup> wody, po czym osad odwirować przez 5 min przy tych samych obrotach. Operację przemywania z roztworem wodorotlenku sodowego należy powtórzyć, po czym przemyć osad w podobny sposób dwa razy wodą. Przemyty osad przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, do której dodano uprzednio z biurety 10 cm<sup>3</sup> roztworu jodu

i 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego. Kolbę pozostawić w ciemnym miejscu przez 15 min, po czym odmiareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarcznanu sodowego w obecności skrobi jako wskaźnika.

**5.4.5.5. Obliczanie wyników.** Zawartość siarczku sodowego ( $X_3$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0039 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$V_1$  — objętość 0,1 N roztworu jodu, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  — objętość 0,1 N roztworu tiosiarcznanu sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru jodu, cm<sup>3</sup>,

0,0039 — masa siarczku sodowego, odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> roztworu jodu, g,

$m$  — odważka próbki w g.

**5.4.5.6. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,05%.

#### 5.4.6. Oznaczanie zawartości trójtiowęglanu sodowego

**5.4.6.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w wodzie i acetonie oraz wytrącenie sumy siarczku i trójtiowęglanu sodowego za pomocą chlorku cynkowego. Rozpuszczenie powstałego osadu zakwaszonym roztworem jodu i odmiareczkowanie nadmiaru jodu roztworem tiosiarcznanu sodowego.

##### 5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek cynkowy, roztwór 10-procentowy.
- Jod, roztwór 0,1 N.
- Aceton.
- Kwas solny (1,18), roztwór 1 + 5.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,1 N.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy.
- Siarczan miedziowy, roztwór 1-procentowy.

**5.4.6.3. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 2 g próbki z dokładnością do 0,005 g i rozpuścić w możliwie małej ilości wody, a następnie dodać 100 cm<sup>3</sup> acetonu oraz 4 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku cynkowego. Po 10 min odsączyć wytrącony osad przez średni sążek ilościowy zwilżony acetonem. Osad na sążku przemyć acetonem do zaniku reakcji na ksantogenian z solami miedziowymi. Przemyty osad przenieść wraz z sążkiem do kolby stożkowej zawierającej 15 cm<sup>3</sup> roztworu jodu i 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego. Sążek w kolbie należy porzyrywać przecikiem szklanym. Kolbę wraz z zawartością pozostawić na 10 ÷ 15 min w ciemności, następnie odmiareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarcznanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

**5.4.6.4. Obliczanie wyników.** Zawartość trójtiowęglanu sodowego ( $X_4$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0077 \cdot 100}{m} - X_3 \cdot 1,9744$$



w którym:

- $V_1$  — objętość 0,1 N roztworu jodu,  $\text{cm}^3$ ,  
 $V_2$  — objętość 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru jodu,  $\text{cm}^3$ ,  
 0,0077 — masa trójtłowęglanu sodowego odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  0,1 N roztworu jodu, g,  
 $m$  — odważka próbki, g,  
 $X_3$  — zawartość siarczku sodowego oznaczona według 5.4.5, %,   
 1,9744 — mnożnik przeliczeniowy zawartości siarczku sodowego ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) na trójtłowęglan sodowy ( $\text{Na}_2\text{CS}_3$ ).

**5.4.6.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,1%.

#### 5.4.7. Oznaczanie zawartości wolnego wodorotlenku sodowego

**5.4.7.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w wodzie, oddzielenie węglanów za pomocą chlorku barowego i odmiareczkowanie wolnego wodorotlenku sodowego roztworem kwasu solnego.

##### 5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
- Kwas solny (1,18), roztwór 0,01 N.
- Fenoloftaleina, roztwór 0,1-procentowy.

**5.4.7.3. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 1 g próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 150  $\text{cm}^3$  wody w kolbie pomiarowej pojemności 250  $\text{cm}^3$  i dodać 10  $\text{cm}^3$  roztworu chlorku barowego. Kolbę dopełnić do kreski wodą, zawartość kolby wymieszać i pozostawić do opadnięcia osadu (sklarowania roztworu). Następnie odmierzyć ostrożnie znad osadu pipetą 50  $\text{cm}^3$  klarownego roztworu do suchej kolby stożkowej pojemności 200  $\text{cm}^3$ , dodać kilka kropli roztworu fenoloftaleiny i w razie pojawienia się czerwonego zabarwienia miareczkować roztworem kwasu solnego do zaniku barwy.

**5.4.7.4. Obliczanie wyników.** Zawartość wolnego wodorotlenku sodowego ( $X_5$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_5 = \frac{V \cdot 0,0004 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $V$  — objętość 0,01 N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,  
 0,0004 — masa wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  0,01 N roztworu kwasu solnego, g,  
 $m$  — odważka próbki odpowiadająca części roztworu pobranego do oznaczania, g.

**5.4.7.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,05%.

### 5.4.8. Oznaczanie zawartości tiosiarczuanu sodowego

**5.4.8.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w wodzie, oddzielenie jonów  $\text{SO}_3^{2-}$  za pomocą chlorku barowego z odwirowaniem osadu. Rozłożenie ksantogenu oraz siarczku i trójtłowego nadmiarem kwasu solnego, neutralizacja nadmiaru kwasu wobec oranżu metylowego roztworem kwaśnego węglanu sodowego, usunięcie siarkowodoru przez wygotowanie i jodometryczne oznaczanie nierozłożonego tiosiarczuanu sodowego.

#### 5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
- Kwas solny, roztwór 0,2 N.
- Kwaśny węgiel sodowy, roztwór nasycony.
- Jod, roztwór 0,1 N.
- Skrobia, roztwór 1-procentowy.
- Oranż metylowy, roztwór wodny 0,1-procentowy.

**5.4.8.3. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 2 g próbki z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w małej ilości wody, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100  $\text{cm}^3$ , dodać 5  $\text{cm}^3$  roztworu chlorku barowego, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać zawartość kolby. Przebrać roztwór do próbki wirówkowej o pojemności 100  $\text{cm}^3$ , a następnie odwirować w ciągu 3 ÷ 4 min przy obrotach wirówki 5000 obr/min. Pobrać pipetą 50  $\text{cm}^3$  klarownego roztworu, przenieść go do kolby stożkowej pojemności 300  $\text{cm}^3$ , dodać 50  $\text{cm}^3$  wody destylowanej i 50  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu solnego. Zawartość kolby kilkakrotnie wymieszać. Po 15 min dla ksantogenu etylowego, a po 30 min dla amylo-ksantogenu sodowego, zneutralizować nadmiar kwasu solnego, dodając 1 ÷ 2 kropli roztworu oranżu metylowego, a następnie kroplami roztworu kwaśnego węglanu sodowego do pomarańczowego zabarwienia (pH 3 ÷ 4). Zawartość kolby ogrzać do wrzenia i gotować przez 10 ÷ 12 min, oziębnić, lekko zakwasić roztworem kwasu solnego do czerwonego zabarwienia obecnego w próbce oranżu metylowego, dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu skrobi i miareczkować roztworem jodu do powstania trwałego lekko fioletowego zabarwienia.

**5.4.8.4. Obliczanie wyników.** Zawartość tiosiarczuanu sodowego ( $X_6$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_6 = \frac{V \cdot 0,0158 \cdot 100 \cdot 2}{m}$$

w którym:

- $V$  — objętość 0,1 N roztworu jodu zużytego do odmiareczkowania tiosiarczuanu sodowego,  $\text{cm}^3$ ,  
 0,0158 — masa tiosiarczuanu sodowego odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  0,1 N roztworu jodu, g,  
 $m$  — odważka próbki, g.

**5.4.8.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,1%.

5.5. **Zaświadczenie jakości.** Każda partia produktu powinna być zaopatrzona w atest zawierający:

- a) nazwę i adres wytwórcy,
- b) nazwę i adres odbiorcy,
- c) dzień, miesiąc i rok produkcji,
- d) numer kolejny partii,
- e) masę partii netto,
- f) gwarancyjny okres trwałości,
- g) wyniki oznaczeń,
- h) oznaczenie według 2.2.

## 6. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do końca 1980 r. dopuszcza się pakowanie ksantogেনianów sodowych do bębnów metalowych z obręczami nasadzonymi.

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

1. **Instytucja opracowująca normę** — Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych METALE — Centralny Branżowy Ośrodek Normalizacyjny.

### 2. Istotne zmiany w stosunku do PN-70/C-83019

a) wprowadzono dodatkowo rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie oznaczania substancji trujących (Dz. U. 1964 r. nr 2 poz. 8),

b) zastąpiono dotychczasowe przepisy kolejowe Rozporządzeniem Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 poz. 310),

c) zmieniono częściowo *Wymagania ogólne* przez rozszerzenie skali barwy dla etylo-ksantogenu sodowego; zmiany tej musiano dokonać ze względu na konieczność stosowania skaźnika w postaci CS<sub>2</sub> dla alkoholu rektyfikowanego lub czystego; tak skażony alkohol sprzyja tworzeniu się trójtlenowęgla w procesie produkcji, od którego pochodzi intensywniejsza barwa gotowego produktu; wprowadzenie zmiany postaci amyloksantogenu sodowego wynika z poprawy jakości technicznego alkoholu amylowego, używanego do produkcji tego ksantogenu,

d) w p. 4.1 oprócz powołania się na PN-67/C-79252 wprowadzono przepisy w sprawie oznaczania substancji trujących; zastąpiono dotychczasowe rysunkowe znaki niebezpieczeństwa i znaki manipulacyjne odpowiednimi, wyraźnymi napisami, które znajdują się na etykiecie firmowej umieszczonej na każdym bębnie,

e) zmieniono częściowo metody oznaczania zawartości ksantogenu i trójtlenowęgla przez zastąpienie środowiska alkoholu etylowego na acetonowe przy oddzielaniu zanieczyszczeń,

f) wprowadzono nową metodę oznaczania tiosiarczanu sodowego w ksantogেনianach,

g) ze względu na dobry stan posiadanych bębnów metalowych z obręczami nasadzonymi oraz na trudności w otrzymaniu opakowań według BN-69/5046-01 przedłużono okres ich użytkowania do końca 1980 r.

Dotychczas obowiązująca PN-70/C-83019 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1976 r.

### 3. Normy i dokumenty związane

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

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

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

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obrczami wytłaczanymi

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. w sprawie oznaczania substancji trujących (Dz. U. 1964 r. nr 2 poz. 8)

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) obowiązujące od 15 września 1968 r. (Dziennik Taryf i Zarządzeń Komunikacyjnych nr 20 poz. 84)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 poz. 310)

4. **Autorzy projektu normy** — doc. dr inż. Mirosław T. Oktawiec — IMN Gliwice, mgr inż. Krystyna Zdybiewska oraz inż. Władysław Cieśla — KGH ORZEŁ BIAŁY