wycof 1.09.90
6/90p 11
ob. 89/6191-94

6023

UKD 546.15-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki Jod	BN-70 6191-94 Grupa katalogowa X 51[1]

1. WSTĘP

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

Jod ma:

a) wzór chemiczny J

b) masę atomową 126,90 (1961 r.)

1.2. Normy związane

PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne wykonania badań

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZANIE

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

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia jodu czystego do analizy:

JOD cz.d.a. BN-70/6191-94

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Jod powinien mieć postać małych, suchych, ciężkich, krystalicznych blaszek lub kawałków o barwie ciemnofioletowej z połyskiem metalicznym. Łatwo rozpuszcza się w alkoholu, eterze, chloroformie i dwusiarczku węgla oraz w wodnych roztworach jodków potasowców tworząc wielojodki; trudno rozpuszcza się w wodzie ulegając słabej hydrolizie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Jodu (J), %, nie mniej niż	99,8	99,8
b) Substancji nielotnych, %, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Chloru i bromu (w przeliczeniu na chlorki), %, nie więcej niż	0,005	0,015

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Jod należy pakować zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: ampułki szklane lub słoiki szklane z doszlifowanym korkiem.

Masa opakowania netto: 25, 100, 250, 500 g, 1 kg.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań. Przechowywać w chłodnym miejscu.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 100 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości jodu

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy cz.d.a.

b) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 3,00 g jodku potasowego umieścić w naczyńku wagowym i zważyć z dokładnością do 0,002 g. Do naczyńka wsypać około 0,4000 g badanego jodu i ponownie zważyć. Następnie zawartość naczyńka zwilżyć 5 cm^3 wody i pozostawić do rozpuszczenia jodu, po czym wrzucić naczyńko do kolby stożkowej z doszlifowanym kor-

[1] Symbol wg SWW:
cz.d.a. 1331-11
cz. 1331-421.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa" dnia 10 sierpnia 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 marca 1971 r.
(Mon. Pol. nr 31/1970 poz. 257)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa Ark. wyd. 0,30 Nakł. 2800 + 61 Zam. 2486/70 Cena zł 1,20

kiem, zawierającej 100 cm^3 wody i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość jodu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0{,}01269 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

m - odważka badanego jodu, g,

0,01269 - ilość jodu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.2.2. Oznaczanie substancji nielotnych. Należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-01055. 10,00 g badanego jodu umieścić w parowniczce porcelanowej lub szklanej odważonej z dokładnością do 0,0002 g i ogrzewać na łaźni wodnej do ustania wydzielania się fioletowych par jodu. Otrzymaną pozostałość wysuszyć w temperaturze 100 ÷ 105°C do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji nielotnych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

a - masa wysuszonej pozostałości, g,

m - odważka badanego jodu, g.

5.2.3. Oznaczanie zawartości chloru i bromu

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Papierki jodoskrobiowe przygotowane wg PN-68/C-06500.

b) Pirosiarczyn potasowy cz.d.a., 0,5-procentowy roztwór.

c) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

d) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83) rozcieńczony 1:4.

e) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

g) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

h) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^-.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego jodu umieścić w kolbie stożkowej z szeroką szyjką pojemności 100 cm^3 (z kreską na 40 cm^3) dodać 50 cm^3 roztworu pirosiarczynu potasowego i ogrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia i usunięcia głównej masy jodu (do lekko żółtego zabarwienia roztworu), utrzymując objętość roztworu równą 40 cm^3 przez dodawanie wody. Następnie dodać 4 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, 3 cm^3 roztworu azotynu sodowego i znowu ogrzewać aż do odbarwienia się roztworu i całkowitego rozłożenia azotynu sodowego (próbka jednej kropli badanego roztworu naniesiona bagietką szklaną na papierek jodoskrobiowy nie powinna dawać zabarwienia), zachowując objętość równą 40 cm^3. Roztwór ochłodzić, dodać 2 cm^3 roztworu kwasu azotowego, 1 cm^3 roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany jod odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała opalizacja badanego roztworu po upływie 20 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w następujący sposób: do 50 cm^3 roztworu pirosiarczynu potasowego dodać 4 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, 3 cm^3 roztworu azotynu sodowego, 1 cm^3 roztworu nadtlenku wodoru i ogrzewać na łaźni wodnej do odbarwienia się roztworu i całkowitego rozłożenia azotynu sodowego, zachowując objętość 40 cm^3. Następnie roztwór ochłodzić i dodać:

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

dla odczynnika cz. 0,075 mg Cl^-

oraz 2 cm^3 roztworu kwasu azotowego i 1 cm^3 roztworu azotanu srebra.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6191-94

1. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80268

Dostosowano metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego PC 1464-68

Dotychczas obowiązująca PN/C-80268 zostaje unieważniona z dniem 28 lutego 1971 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC-1464-68 Реактивы. Йод

3130