

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki Tiosiarczan sodowy krystaliczny	6191-132
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest tiosiarczan sodowy krystaliczny stosowany jako odczynnik w analizie chemicznej.

Tiosiarczan sodowy ma:

- a) wzór ogólny $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 248,18.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki tiosiarczanu sodowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia tiosiarczanu sodowego czystego do analizy:

TIOSIARCZAN SODOWY KRYSZTALICZNY cz.d.a.
BN-74/6191-132

3. WYMAGANIA TECHNICZNE

3.1. Wymagania ogólne. Tiosiarczan sodowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu.

W temperaturze 56°C topi się we własnej wodzie krystalizacyjnej.

W temperaturze 100°C traci wodę.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość tiosiarczanu sodowego ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), %	99,0±101	98±101
b) Wolnych alkali (NaOH), %, nie więcej niż	0,004	0,016
c) Wolnych kwasów (H_2SO_4), %, nie więcej niż	0,005	0,005
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Siarczanów i siarczynów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,05	0,15
f) Siarczków (S^{2-}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), nie więcej niż	0,001	0,002
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Wapnia (Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 30 listopada 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Tiosiarczan sodowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 250, 500, 1000 i 2000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy i ma wymiary zgodne z systemem wymiarowym opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości tiosiarczanu sodowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości wolnych alkalii (3.2b),
- oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2c),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów i siarczynów (3.2e),
- oznaczanie zawartości siarczków (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2i),

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

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości tiosiarczanu sodowego ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jod sublimowany cz.d.a., 0,1n roztwór.
- Skrobia wsk. 1-procentowy roztwór.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,0000 g badanego tiosiarczanu sodowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 500 cm³, rozpuścić w 100 cm³ wody i zmiareczkować roztworem jodu, dodając pod koniec miareczkowania 2÷3 cm³ roztworu skrobi.

Zawartość tiosiarczanu sodowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,02482 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu jodu zużyta do miareczkowania, cm³,
 0,02482 - ilość tiosiarczanu sodowego ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1n roztworu jodu, g.
 m - odważka badanego tiosiarczanu sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości wolnych alkalii (NaOH) lub wolnych kwasów (H_2SO_4)

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 0,1n roztwór.
- Kwas solny cz.d.a., 0,1n roztwór.
- Fenoloftaleina wsk. 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego tiosiarczanu sodowego rozpuścić w 50 cm³ wody świeżo wygotowanej od CO₂ i ostudzonej oraz dodać trzy krople roztworu fenoloftaleiny.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór badany po dodaniu roztworu fenoloftaleiny pozostanie bezbarwny, po dodaniu zaś 0,05 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego zabarwi się na różowo, a w przypadku gdy po dodaniu fenoloftaleiny powstanie czerwone zabarwienie roztworu, zniknie ono po dodaniu

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 cm³,
 dla odczynnika cz. - 0,20 cm³

roztworu kwasu solnego.

1 cm³ 0,1n roztworu NaOH odpowiada 0,0049 g H₂SO₄,
 1 cm³ 0,1n kwasu solnego odpowiada 0,004 g NaOH.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego tiosiarczanu sodowego rozpuścić w 200 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,
 dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów i siarczyn (SO_4^{2-})

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy przesączony przez bezpopiołowy sącdek.
- Jod cz.d.a., 0,1n roztwór.
- Kwas solny cz.d.a., 10-procentowy roztwór.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., 0,1n roztwór.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990.
 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego tiosiarczanu sodowego umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, rozpuścić w 100 cm³ wody, w razie potrzeby przesączyć przez bezpopiołowy sącdek przemyty gorącą wodą, 10 cm³ otrzymanego roztworu (0,1g) dla odczynnika cz.d.a. i 5 cm³ (0,05 g) dla odczynnika cz. umieścić w zlewce, dodać około 2 cm³ roztworu jodu do jasnożółtego zabarwienia, dopełnić objętość roztworu do 25 cm³, dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego i 3 cm³ roztworu chlorku barowego, mieszając dokładnie po dodaniu każdego odczynnika.

Po 30 min dodać do roztworu 1÷2 kropli roztworu tiosiarczanu sodowego, do odbarwienia roztworu.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w roztworze badanym nie będzie intensywniejsza niż opalizacja powstała w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie z roztworem badanym i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,075 mg SO_4^{2-} .

oraz 1 cm³ roztworu kwasu solnego i 3 cm³ roztworu chlorku barowego.

Przy temperaturze powietrza poniżej 20°C należy przed dodaniem chlorku barowego podgrzać roztwór badany i porównawczy na łaźni wodnej w temperaturze 30÷35°C w ciągu 15 min.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczków (S^{2-})

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Ołowin sodowy, alkaliczny roztwór wodorotlenku ołowiowego (plumbit) przygotowany wg PN-68/C-06500.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony S^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 10 + 990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu badanego zawiera 0,01 mg S^{2-} .

5.3.5.2. Wykonanie oznaczenia. 3,00 g badanego tiosiarczanu sodowego rozpuścić w 40 cm³ wody.

Do roztworu szybko dodać 0,8 cm³ alkalicznego roztworu ołowinu sodowego i wymieszać.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 2 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości roztworu alkalicznego ołowinu sodowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,015 mg S^{2-}

dla odczynnika cz. - 0,03 mg S^{2-} .

5.3.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich, tracących siarkowodorem (Pb^{2+})

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

c) Tioacetamid cz.d.a., 2-procentowy roztwór trwały dwie doby.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.3.6.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego tiosiarczanu sodowego rozpuścić w 30 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu winianu sodowo-potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu i dokładnie wymieszać.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,04 mg Pb^{2+} .

5.3.7. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2 oraz:

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) i (1,11).

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

5.3.7.2. Wykonanie oznaczenia. 2,50 g badanego tiosiarczanu sodowego rozpuścić w kolbie stożkowej w 20 cm³ wody, dodać 2 cm³ kwasu siarkowego (1,84), zagotować i ogrzewać łagodnie do całkowitego usunięcia dwutlenku siarki. Po oziębieniu dodać 2,5 cm³ kwasu azotowego i gotować w ciągu 15÷20 min, aż roztwór stanie się klarowny, siarka zaś będzie zbijać się w grudki.

Po oziębieniu roztwór przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, osad na sączku przemyć trzykrotnie 10 cm³ wody (wodę z przemycia zebrać do tej samej kolby pomiarowej), uzupełnić objętość kolby wodą do kreski i dobrze wymieszać.

20 cm³ otrzymanego roztworu (1 g) umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.4.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. - 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Mureksyd cz.d.a., 0,02-procentowy roztwór alkoholowy przygotowany w następujący sposób: 0,02 g mureksydu rozpuścić w 35 cm³ alkoholu etylowego i dopełnić wodą do objętości 100 cm³.

b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 1n roztwór.

c) Kwas askorbinowy cz.d.a., 2-procentowy roztwór.

d) Cyjanek potasowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

e) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca^{2+} przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 + 990.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

5.3.8.2. Wykonanie oznaczenia. 0,50 g badanego tiosiarczanu sodowego dla odczynnika cz.d.a. lub 0,25 g dla odczynnika cz. umieścić w cylindrze kolorymetrycznym, rozpuścić w 10 cm³ wody i wymieszać. Do otrzymanego roztworu dodać 2 cm³ roztworu

kwasy askorbinowe, zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego do pH 7, dodać 2 cm³ roztworu cyjanku potasowego, 1 cm³ roztworu mureksydu i wymieszać.

Badany tiosiarczan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstały po upływie 2 min, obserwowany w przechodzącym świetle na tle mlecznego

szkła, różowy odcień badanego roztworu nie będzie intensywniejszy od różowego odcienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. i cz. - 0,025 mg Ca²⁺.

Zabarwienie roztworu jest trwałe w ciągu 8±10 min.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80083

- a) zawartość tiosiarczanu sodowego podano w przeliczeniu na substancję krystaliczną i zaostrzono wymagania,
- b) wprowadzono i znormalizowano wolne alkalia i wolne kwasy,
- c) zaostrzono wymagania zawartości żelaza dla gatunku cz.
- d) zmieniono metody oznaczania zawartości siarczanów i siarczynów, metali ciężkich i wapnia,
- e) dostosowano metody badań do zalecenia RWPG PC 2730-70. Dotychczas obowiązująca PN/C-80023 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1975 r.

3. Normy związane

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie sub-

stancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia RWPG PC 2730-70 Реактивы. Натрий серноватистокислый