

wyciąf 1.07.88
1/88p 2

6019

ob. 87/6193-21

UKD 547.828-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Odczynniki 2,2'-Dwupirydył	6193-21
		Grupa katalogowa X 52)

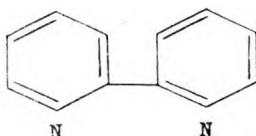
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest 2,2'-Dwupirydył stosowany jako odczynnik chemiczny.

2,2'-Dwupirydył ma:

a) wzór sumaryczny $(C_8H_6N)_2$

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 156,19 (1961 r.)

d) inne nazwy 2,2'-dwupirydyna.

1.2. Normy związane

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

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu, substancji organicznych

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. OZNACZENIE

2,2'-DWUPIRYDYŁ cz.d.a. BN-70/6193-21

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 2,2'-Dwupirydył powinien mieć postać białego lub żółtawo-różowego krystalicznego proszku dobrze rozpuszczalnego w alkoholu etylowym, eterze, chloroformie i benzynie, trudno rozpuszczalnego w wodzie.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1331-113.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Temperatura topnienia, °C, w granicach	69±72 (w przedziale 2°C)
b) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym	wg 5.2.2
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,2
d) Czulość na Fe ²⁺	$1 \cdot 10^{-7}$ g Fe ²⁺ /cm ³
e) Czulość na Fe ²⁺ w obecności Fe ³⁺	$2 \cdot 10^{-6}$ g Fe ²⁺ /cm ³

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

2,2'-Dwupirydył należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: ampułki szklane lub polietylenowe, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową albo tekturową i pergaminową.

Masa opakowania netto: 0,1, 1, 2, 5, 10, 25 g.

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

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 15 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie temperatury topnienia. należy wykonać wg PN/C-04513.

5.2.2. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. 3,00 g badanego 2,2'-dwupirydyłu rozpuścić w 100 cm³ alkoholu etylowego, rektyfikowanego 96-procentowego, roztwór powinien być przezroczysty i nie zawierać nierozpuszczonej pozostałości. Dopuszcza się bladobiałe zabarwienie roztworu.

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)

5.2.3. Oznaczenie pozostałości po prażeniu (jako siarczany). Należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-01055; 1,00 g badanego 2,2'-dwupirydyłu umieścić w porcelanowym tyglu, uprzednio wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g, zwilżyć 0,5 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,83) i ogrzewać na łaźni piaskowej do ustania wydzielania się par kwasu siarkowego. Następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 600°C do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- a - masa wyprażonej pozostałości, g,
m - odważka badanego preparatu, g.

5.2.4. Oznaczenie czułości jako mikroodczynnika na jony Fe²⁺

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór zawierający Fe²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.56. Do tak przygotowanego roztworu dodać 50 ÷ 100 mg kwasu askorbinowego cz.d.a. Roztwór rozcieńczyć dwukrotnie 0,001n roztworem kwasu siarkowego w stosunku 10:990. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu z pierwszego rozcieńczenia (roztwór A) zawiera 0,01 mg Fe²⁺/cm³, a 1 cm³ roztworu drugiego rozcieńczenia (roztwór B) zawiera 0,001 mg Fe²⁺/cm³.

Roztwór B rozcieńczyć 0,001n roztworem kwasu siarkowego w stosunku 10:90. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu (roztwór C) zawiera 0,0001 mg Fe²⁺/cm³. Rozcieńczone roztwory powinny być świeżo przygotowane.

b) Roztwór badanego 2,2'-dwupirydyłu, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.17 (0,5-procentowy roztwór alkoholowy).

5.2.4.2. Wykonanie oznaczenia. W czterech jednakowych probówkach umieścić; w pierwszej próbówce 1 cm³ roztworu A (0,01 mg Fe²⁺), w drugiej 1 cm³ roztworu B (0,001 mg Fe²⁺), w trzeciej 0,5 cm³ roz-

tworu B (0,0005 mg Fe²⁺) oraz 0,5 cm³ wody, w czwartej 1 cm³ roztworu C (0,0001 mg Fe²⁺). Do każdej próbówki dodać po 5 kropeł roztworu badanego 2,2'-dwupirydyłu. Powinna powstać wyraźne widoczna gradacja zabarwienia we wszystkich probówkach.

W próbówce zawierającej 0,0001 mg Fe²⁺ powinno być jeszcze zauważalne różowe zabarwienie roztworu. Porównanie zabarwienia należy przeprowadzić w przechodzącym świetle na tle mlecznego szkła.

5.2.5. Oznaczenie czułości jako mikroodczynnika na jony Fe²⁺ w obecności Fe³⁺

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór zawierający Fe²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.56. Do tak przygotowanego roztworu dodać 50 ÷ 100 mg kwasu askorbinowego. Roztwór rozcieńczyć 0,001n roztworem kwasu siarkowego w stosunku 10:990. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Fe²⁺/cm³. Rozcieńczony roztwór powinien być świeżo przygotowany.

- b) Żelazowo-amonowy siarczan cz.d.a.
c) Sodowy fluorek cz.d.a.
d) Kwas solny cz.d.a. (1,19).
e) Roztwór badanego 2,2'-dwupirydyłu przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.17 (0,5-procentowy roztwór alkoholowy)..

5.2.5.2. Wykonanie oznaczenia. 4,28 g siarczana żelazowo-amonowego rozpuścić w 7 ÷ 8 cm³ świeżo przegotowanej wody, nie zawierającej kwasu węglowego i zakwaszonej 1 kroplą kwasu solnego. Do otrzymanego roztworu dodać 2 cm³ roztworu zawierającego Fe²⁺ i dopełnić wodą do 10 cm³. 1 cm³ przygotowanego roztworu zawierającego 50 mg Fe³⁺ i 0,002 mg Fe²⁺ umieścić w platynowym tyglu i dodać fluorku sodowego do zaniku żółtego zabarwienia Fe³⁺. Następnie do roztworu dodać 5 kropeł roztworu badanego 2,2'-dwupirydyłu. Powinno powstać wyraźne różowe zabarwienie roztworu.

Jeżeli zabarwienie nie pojawi się od razu należy jeszcze dodać niewielką ilość fluorku sodowego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6193-21

Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1462-68 Реактивы. 2,2'-Дипиридил