

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 żółtobrazowej.

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 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 temperaturą 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:

- wymagań ogólnych (3.1),
- zawartości ksantogenianu (3.2a),
- 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 ksantogen 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.

**5.4.3.1. 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 ksantogenu odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$ , 0,1 N roztworu kwasu solnego, g:
  - dla etylo-ksantogenu sodowego  $K = 0,01442$  g,
  - dla amylo-ksantogenu 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**

- a) Wirówka laboratoryjna na 8, 16 lub 24 probówek.
- b) Probówki z polietylenu z przykrywkami.
- c) Kolorymetr lub spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego.

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

- a) Octan miedziowy.
- b) Dwuetyloamina.
- c) Alkohol etylowy, rektyfikowany.
- d) Benzyna apteczna wolna od dwusiarczku węgla (próbna z roztworem wiążącym).
- e) 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 właściwościach 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  $\text{g}/\text{cm}^3$  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.

**5.1.4.4. 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 odciętych 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,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ,

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

**5.1.4.5. Wykonanie oznaczania.** Odważyć szybko 0,5 g próbki w przypadku etylo-ksantogenu sodowego lub 0,1 g w przypadku amylo-ksantogenu sodowego z dokładnością do 0,001 g. Odważkę umieścić w polietylenowej próbce, dodać 8  $\text{cm}^3$  benzyny aptecznej, próbkę szczelnie zamknąć przykrywką, kilkakrotnie wstrząsnąć i odwirować na wirówce. Ciecz z nad osadu zlać ostrożnie do kolby pomiarowej pojemności 50  $\text{cm}^3$  i kolbę zamknąć doszlifowanym korkiem. Operację tę należy powtórzyć w przypadku etylo-ksantogenu 3 ÷ 4 razy, a w przypadku amylo-ksantogenu 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 określać 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 oznaczanie 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 przecikiem, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i dokładnie wymieszać przecikiem zawartość probówki. Spłukać osad z przecika 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 sączek ilościowy zwilżony acetonem. Osad na sączku przemyć acetonem do zaniku reakcji na ksantogenian z solami miedziowymi. Przemyty osad przenieść wraz z sączkiem do kolby stożkowej zawierającej 15 cm<sup>3</sup> roztworu jodu i 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego. Sączek w kolbie należy porozrywać precyzyjnie 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 tiosiarczazanu 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

- a) Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
- b) Kwas solny (1,18), roztwór 0,01 N.
- c) 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 z nad 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 tiosiarczanu 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 trójtlenku nadmiarem kwasu solnego, neutralizacja nadmiaru kwasu wobec oranżu metylowego roztworem kwaśnego węgla sodowego, usunięcie siarkowodoru przez wygotowanie i jodometryczne oznaczanie nierozłożonego tiosiarczanu 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 węgla 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 tiosiarczanu 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 użytego do odmiareczkowania tiosiarczanu sodowego,  $\text{cm}^3$ ,  
 0,0158 — masa tiosiarczanu 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 bębnow 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 trójtłowego glanu 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 trójtłowego glanu 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 bębnow 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 obręczami 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 kolejną 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

**BIBLIOTEKA GŁÓWNA**  
Politechniki Warszawskiej

**BN. 001496**



40000000323194