

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76 6191-144
	Odczynniki Wodzian hydrazyny	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest 30-, 40- i 50-procentowy wodny roztwór wodzianu hydrazyny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Wodzian hydrazyny ma:

- a) wzór chemiczny $H_2N \cdot NH_2 \cdot H_2O$,
- b) masę cząsteczkową 50,06 (1967 r.).

Wodzian hydrazyny miesza się z wodą i alkoholem, nie rozpuszcza się w eterze i chloroformie. Ma własności redukujące.

Wodzian hydrazyny jest toksyczny, działa drażniąco na skórę, oczy, błony śluzowe i drogi oddechowe.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki wodzianu hydrazyny oznaczone jako:

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

2.2. Przykład oznaczenia wodzianu hydrazyny 40-procentowego czystego do analizy:

WODZIAN HYDRAZyny 40% cz.d.a. BN-75/6191-144

3. WYMAGANIA4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Wodzian hydrazyny należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001, klasa niebezpieczeństwa V wg RID¹⁾

Rodzaj opakowania: butleki ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową.

Objętość opakowań: 100, 250, 500, 1000 cm³.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania pod warunkiem, że zabezpiecza ono produkt w stopniu co najmniej równym jak ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami wymiarowego systemu opakowań.

Opakowanie zbiorcze: pojemniki poliestrowe lub kontenery.

Pakowanie i znakowanie produktu przeznaczonego na eksport należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Wodzian hydrazyny należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach.

Niewskazane jest magazynowanie wodzianu hydrazyny razem z utleniaczami.

4.3. Transport. Do transportu należy stosować kryte środki przewozowe. Produkt należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami¹⁾.

Wymagania	30%		40%		50%	
	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	bezbarwna ciecz					
b) Zawartość wodzianu hydrazyny $H_2N \cdot NH_2 \cdot H_2O$, %, nie mniej niż	29,5	29,0	39,5	39,0	49,5	49,0
c) Pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów, %, nie więcej niż	0,004	0,02	0,005	0,02	0,006	0,02
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,002	0,005	0,002	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,001	0,005	0,001	0,005	0,001	0,005
f) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002	0,0005	0,002	0,0005	0,002
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0005	0,0001	0,0005	0,0001	0,0005

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Centralny Związek Spółdzielczości Pracy
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne”
dnia 22 stycznia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1976 poz. 39)

4.4. Okres ważności - 24 miesiące.

5. BADANIA

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

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 200 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Wytyczne ogólne. Wszystkie oznaczenia należy wykonywać pod wyciągiem i w okularach ochronnych.

5.2.2. Oznaczanie zawartości wodzianu hydrazyny

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Jod cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- Kwaśny węglan sodowy cz.d.a.
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1-procentowy.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odważyć 0,7000 g wodzianu hydrazyny dla odczynnika 30- i 40-procentowego oraz 0,5000 g dla odczynnika 50-procentowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 10 cm³ tego roztworu (0,07 g dla odczynnika 30- i 40-procentowego i 0,05 g dla odczynnika 50-procentowego) przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ zawierającej 50 cm³ wody i 1 g kwaśnego węglanu sodowego. Całość wymieszać i powoli miareczkować roztworem jodu, dodając pod koniec miareczkowania 1 cm³ roztworu skrobi.

Zawartość wodzianu hydrazyny (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,001252 \cdot 10 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1 N roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm³,
 0,001252 - ilość wodzianu hydrazyny odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu jodu, g,
 m - odważka badanego wodzianu hydrazyny, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników nie różniących się więcej niż o 0,2%.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (w postaci siarczanów). W wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym odparować do sucha na łaźni wodnej 50 g (50 cm³) badanej próby.

Następnie dodać 0,2 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i ostrożnie ogrzewać do całkowitego odpędzenia dymów kwasu siarkowego.

Pozostałość wyprażyć w piecu muflowym w temperaturze 600÷700°C do stałej masy.

Badany wodzian hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeśli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a.

30% - 2 mg,

40% - 2,5 mg,

50% - 3 mg.

dla odczynnika cz. - 10 mg

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g (1 cm³) badanego wodzianu hydrazyny rozpuścić w 10 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 sposobem A.

Badany wodzian hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w roztworze zmętnienie jest mniej intensywne lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl⁻.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 p. 2.3, ponadto kwaśny węglan sodowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g (2 cm³) badanego wodzianu hydrazyny umieścić w porcelanowej parownicy pojemności 20 cm³, dodać 0,5 cm³ roztworu kwaśnego węglanu sodowego, wymieszać i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Pozostałość rozpuścić w 1 cm³ 10-procentowego kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany wodzian hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w roztworze zmętnienie jest mniej intensywne lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg SO₄²⁻.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2, ponadto kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g (5 cm³) badanego wodzianu hydrazyny umieścić w porcelanowym tyglu, dodać 2 cm³ kwasu siarkowego, 1 cm³ kwasu azotowego, odparować i wyprażyć.

Pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

Badany wodzian hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i za-

wierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. - 0,025 mg Fe^{3+} .

Dopuszcza się wykonywanie oznaczania żelaza 2,2'-dwupirydylem lub kwasem sulfosalicylowym.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g (5 cm^3) badanego wodzianu hydrazyny rozpuścić w 10 cm^3 wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany wodzian hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu jest mniej intensywne lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. - 0,1 mg Pb^{2+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Krajowy Związek Spółdzielni Przemysłu Farmaceutycznego i Chemicznego.

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-65/CZSP/E-11/185.

3. Normy i dokumenty związane

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych PMN (Dz.T i ZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.)

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. PRL nr 35, poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz.T i ZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik I do konwencji CIM (Dz.U. PRL nr 21, poz 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3615-72 Реактивы. Гидразин гидрат