

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6193-10
	Sześciometylenoczteroamina	Grupa katalogowa X 52

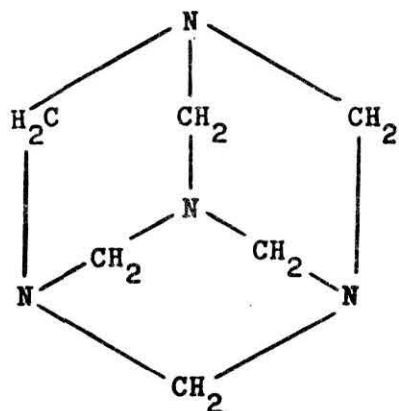
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sześciometylenoczteroamina, stosowana jako odczynnik chemiczny.

Sześciometylenoczteroamina ma:

a) wzór chemiczny $C_6H_{12}N_4$,

b) wzór budowy



c) masę cząsteczkową 148,19 (1961 r.),

d) inne nazwy: urotropina, heksamina, metenamina.

1.2. Normy związane

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

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się trzy gatunki sześciometylenoczteroaminy:

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

2.2. Przykład oznaczenia sześciometylenoczteroaminy czystej do analizy:

SZEŚCIOMETYLENOCZTEROAMINA cz.d.a. BN-69/6193-10

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Sześciometylenoczteroamina powinna być bezbarwną krystaliczną substancją lub białym proszkiem, praktycznie bez zapachu. Rozpuszcza się w wodzie, alkoholu etylowym, chloroformie, bardzo trudno rozpuszcza się w eterze. Przy ogrzewaniu sublimuje.

3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Sześciometylenoczteroaminy, %, nie mniej niż	99,8	99,5	99,0
b) Popiołu, %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,02
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
d) pH roztworu 3-procentowego	8,0÷9,0	8,0÷9,0	8,0÷9,0
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	nieobecne	0,005	0,005
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	nieobecne	0,005	0,005
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	nieobecne	0,0002	0,0004
h) Soli amonowych, %, nie więcej niż	nieobecne	0,002	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

Sześciometylenoczteroaminę należy pakować i znakować zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaje opakowań:

a) słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową, zabezpieczone przed niekontrolowanym otwarciem pierścieniem z tworzywa termokurczliwego,

b) worki z folii polietylenowej, umieszczone w bębnach ze sklejki drewnianej.

Masa netto w słoikach: 250, 500 i 1000 g,

w bębnach: 50 i 100 kg.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 27 czerwca 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1970 r.

(Mon. Pol. nr 40/1969 poz. 334)

Słoje powinny być umieszczone w skrzynkach drewnianych z przegrodami, zabezpieczone przed rozbięciem papierem falistym, lub w kontenerach zabezpieczone tekturą lub wełną drzewną.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się stosowanie innej wielkości i rodzaju opakowania.

Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić znaki:

- dla rodzaju a) - wg PN-67/0-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,
- dla rodzaju b) - wg PN-67/0-79252 p. 2.4.3 i 2.4.6.

Sześciometylenoczteroaminę należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i przewiewnych; przewozić krytymi środkami transportowymi.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

5.2. Rodzaje badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości sześciometylenoczteroaminy

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.
- b) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- c) Czerwień metylowa, 0,1-procentowy roztwór w alkoholu etylowym.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 250 ml odmierzyć biuretą 25 ml roztworu kwasu siarkowego. W naczyniu wagowym odważyć około 0,5000 g badanej sześciometylenoczteroaminy i przenieść ilościowo do zlewki z kwasem, spłukując naczynko małą ilością wody. Zawartość zlewki odparować na wrzącej łaźni wodnej do objętości 15 ml, dodać 20 ml wody i ponownie odparować. Dodawanie wody i odparowywanie powtarzać aż do zaniku zapachu formaldehydu. Zlewkę spłukać 50 ml wody, dodać 2 krople roztworu czerwieni metylowej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia czerwonego na żółte.

Zawartość sześciometylenoczteroaminy (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V - V_1 \cdot 0,0350}{m} \cdot 100$$

w którym:

V - objętość ściśle 1n roztworu kwasu siarkowego, ml,

V_1 - objętość ściśle 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru kwasu, ml,

m - odważka badanej sześciometylenoczteroaminy, g,

0,0350 - ilość sześciometylenoczteroaminy odpowiadająca 1 ml ściśle 1n roztworu kwasu siarkowego, g.

5.2.1.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2%.

5.2.2. Oznaczanie zawartości popiołu. W platynowej parownicy uprzednio wyprażonej i zważonej z dokładnością do 0,0002 g odważyć 10,00 g badanej sześciometylenoczteroaminy. Zawartość ogrzewać nad palnikiem aż do ulotnienia się substancji, a następnie wyprażyć w piecu elektrycznym przez 30 min w temperaturze 600°C, wystudzić i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Badana sześciometylenoczteroamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza dla odczynnika:

- ch.cz. - 1 mg,
- cz.d.a. - 2 mg,
- cz. - 2 mg.

5.2.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie. W zlewce pojemności 250 ml odważyć 100,0 g badanej sześciometylenoczteroaminy i rozpuścić w 100 ml wody. Otrzymany roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4, uprzednio wysuszony i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Pozostałość w tyglu przemyć 200 ml ciepłej wody i suszyć w temperaturze 105°C przez 3 godz.

Badana sześciometylenoczteroamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza dla odczynnika:

- ch.cz. - 1,0 mg,
- cz.d.a. - 2 mg,
- cz. - 5 mg.

5.2.4. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu

5.2.4.1. Aparatura. Pehametr.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie pomiarowej pojemności 100 ml odważyć 5,00 g badanej sześciometylenoczteroaminy, rozpuścić w świeżo wygotowanej wodzie, uzupełnić do kreski i wymieszać. Zmierzyć pH otrzymanego roztworu na pehametrze postępując zgodnie z instrukcją dla danego aparatu. Roztwór zachować do oznaczania chlorków wg 5.2.5 oraz do oznaczania soli amonowych wg 5.2.8.

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 ml pobrać pipetą 20 ml roztworu sześciometylenoczteroaminy przygotowanego wg 5.2.4, dodać 0,5 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

Badana sześciometylenoczteroamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała w ciągu 5 min o-

pallescencja badanego roztworu nie jest silniejsza niż opalescencja roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego dla odczynników:

- ch.cz. - 20 ml wody, 0,5 ml kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra,
 cz.d.a.i.cz. - 20 ml wody, 0,5 ml kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra i 0,05 mg Cl^-

5.2.6. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
 b) Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
 c) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1 + 9. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. W cylindrze kolorymetrycznym pojemności 50 ml odważyć 2,00 g badanej sześciometylenoczteroaminy, rozpuścić w 20 ml wody, a następnie dodać 0,25 ml kwasu solnego i 2 ml roztworu chlorku barowego.

Badana sześciometylenoczteroamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe w ciągu 30 min zmętnienie badanego roztworu nie jest silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego dla odczynników:

- ch.cz. - 20 ml wody, 0,25 ml kwasu solnego i 2 ml chlorku barowego,
 cz.d.a. i cz. - 20 ml wody, 0,25 ml kwasu solnego, 2 ml chlorku barowego i 0,1 mg SO_4^{2-} .

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

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy cz.d.a., 80-procentowy.
 b) Siarkowódór.
 c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10,00 g badanej sześciometylenoczteroaminy i rozpuścić w 50 ml wody, przenieść do cylindra kolorymetrycznego pojemności 100 ml. Dodać 1 ml kwasu octowego i nasycić siarkowodorem przez 1 min.

Badana sześciometylenoczteroamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie jest silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego dla odczynników:

- ch.cz. - 50 ml wody, 1 ml kwasu octowego,
 cz.d.a. - 50 ml wody, 1 ml kwasu octowego i 0,02 mg Pb^{2+} ,
 cz. - 50 ml wody, 1 ml kwasu octowego i 0,04 mg Pb^{2+} i nasyczonego siarkowodorem.

5.2.8. Oznaczanie zawartości soli amonowych

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN-68/C-06500.
 b) Roztwór wzorcowy zawierający jony NH_4 , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1+99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg NH_4 .

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. Do cylindra kolorymetrycznego pojemności 50 ml pobrać pipetą 10 ml roztworu sześciometylenoczteroaminy przygotowany wg 5.2.4, dodać 20 ml wody i 1 ml odczynnika Nesslera.

Badana sześciometylenoczteroamina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w badanym roztworze nie występuje zabarwienie silniejsze od roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego dla odczynników:

- ch.cz. - 20 ml wody i 1 ml odczynnika Nesslera,
 cz.d.a. - 20 ml wody, 1 ml odczynnika Nesslera i 0,01 mg NH_4 ,
 cz. - 20 ml wody, 1 ml odczynnika Nesslera i 0,02 mg NH_4 .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-69/6193-10

Istotne zmiany w stosunku do PN-55/C-80552

- a) wprowadzono gatunek chemicznie czysty,
 b) zastrzono parametry jakościowe dla gatunków cz.d.a. i cz.
 Dotychczas obowiązująca PN-55/C-80552 zostaje unieważniona z dniem 31 grudnia 1969 r.