

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75 6191-141
	Odczynniki Siarczan hydrazyny	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan hydrazyny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan hydrazyny ma:

- a) wzór chemiczny: $\text{NH}_2 - \text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$,
b) masę cząsteczkową: 130,12.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki siarczanu hydrazyny oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu hydrazyny czystego do analizy.

SIARCZAN HYDRAZyny cz.d.a. BN-75/6191-141

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan hydrazyny powinien mieć postać bezbarwnych kryształów lub białego, krystalicznego proszku, rozpuszczalnego w wodzie, nierozpuszczalnego w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) siarczanu hydrazyny (NH_2) ₂ ·H ₂ SO ₄ , %, nie mniej niż	99,0	98,0
b) substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,05	0,1
d) chlorków (Cl ⁻), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) żelaza (Fe ³⁺), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) metali ciężkich (Pb ²⁺), %, nie więcej niż	0,001	0,0025

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan hydrazyny należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanym korkiem, słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową.

Masa opakowań netto: 100 g, 250 g, 500 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanego opakowania.

5. BADANIA5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości podstawowego składnika (3.2.a)
b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2.b)
c) oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (3.2.c)
d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2.d)
e) oznaczanie zawartości żelaza (3.2.e)
f) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2.f).

5.2. Pobieranie próbek. Probki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 250 g.

5.3. Opis badań5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu hydrazyny (NH_2)₂·H₂SO₄5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwaśny węglan sodowy cz.d.a.
b) Jod cz.d.a. roztwór 0,1n.
c) Skrobia, roztwór 0,1-procentowy.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,00 g badanego siarczanu hydrazyny rozpuścić na gorąco w 50 ÷ 60 cm³ wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³. Następnie roztwór ochłodzić, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać. 10 cm³ otrzymanego roztworu pobrać pipetką do kolby stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 15 cm³ wody, 1 g kwaśnego węglanu sodowego i powoli mia-

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 18 czerwca 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

reczkować roztworem jodu dodając przy końcu miareczkowania 1 cm³ roztworu skrobi.

Zawartość siarczanu hydrazyny (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,003253 \cdot 10 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm³,

0,003253 - ilość siarczanu hydrazyny, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu jodu, g,

m - odważka badanego siarczanu hydrazyny, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego siarczanu hydrazyny rozpuścić w 300 cm³ gorącej wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m}$$

w którym:

a - masa wysuszonej pozostałości, g,

m - odważka badanego siarczanu hydrazyny, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości pozostałości po prażeniu (jako siarczany). 2,00 g badanego siarczanu hydrazyny umieścić w parownicy porcelanowej zważonej z dokładnością do 0,0002 g i odparować do zaniku wydzielania się par kwasu siarkowego na łożni piaskowej, a następnie wyprażyć w temperaturze 700 ÷ 750°C do stałej masy.

Pozostałość po prażeniu (X₂) obliczyć w %, według wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{2}$$

w którym: a₁ - masa wyprażonej pozostałości po prażeniu, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518 p.2.3.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu hydrazyny rozpuścić w 40 cm³ wody, w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³. Dodać 2 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu azotowego, 1 cm³

roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany siarczan hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalescencja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cl⁻

dla odczynnika cz. - 0,025 mg Cl⁻

oraz te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu hydrazyny rozpuścić ogrzewając w 5 cm³ wody, po ochłodzeniu zubożyć roztworem amoniaku, następnie uzupełnić wodą do 20 cm³ i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04521 p.2.4.3.

Zawartość żelaza nie powinna przekraczać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,0025 mg Fe³⁺,

dla odczynnika cz. - 0,005 mg Fe³⁺.

5.3.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich, straconych siarkowodorem (Pb²⁺)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

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

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

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

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu 0,01 mg Pb²⁺.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu hydrazyny rozpuścić, ogrzewając w 50 cm³ wody. Otrzymany roztwór oziębć, dodać 1 cm³ roztworu winianu sodowo-potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu i dokładnie wymieszać.

Badany siarczan hydrazyny 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 Pb²⁺,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Pb²⁺.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-57/MPCh/F-728

a) przy oznaczaniu zawartości żelaza w p. 5.3.5 wprowadzono metodę z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli wg PN-68/C-04521 p. 5.4.

b) przy oznaczaniu zawartości metali ciężkich w 5.2.6. wprowadzono metodę z tioacetamidem,

c) wykreślono oznaczanie tożsamości siarczanu hydrazyny.

Dotychczas obowiązująca ZN-57/MPCh/F-728 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1976r.

3. Normy związane

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby oznaczania 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 przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

4. Zalecenia międzynarodowe

Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego RWPG PC 3616-72 Реактивы. Гидразин серноокислый