

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Odczynniki	6191-96
	Kwas nadchlorowy 70%	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas nadchlorowy 70-procentowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Kwas nadchlorowy ma:

- a) wzór chemiczny - HClO_4
- b) masę cząsteczkową - 100,46 (1967 r.)

1.2. Normy 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-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- 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/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki kwasu nadchlorowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia kwasu nadchlorowego czystego do analizy:

KWAS NADCHLOROWY 70% cz.d.a. BN-70/6191-96

¹⁾ Symbol wg SWW dla odczynnika:

- ch.cz. 1331-432
- cz.d.a. 1331-11
- cz. 1331 422

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas nadchlorowy 70-procentowy powinien być cieczą bezbarwną, łatwo rozpuszczalną w wodzie i alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd zewnętrzny	przezroczysta, bezbarwna ciecz wg 5.2.1		
b) Kwasu nadchlorowego (HClO_4), %	69,0÷71,0	69,0÷71,0	68,0÷71,0
c) Gęstość d_4^{20} , g/cm ³	1,654÷1,681	1,654÷1,681	1,645÷1,681
d) Pozostałość po prażeniu, %, nie więcej niż	0,02	0,04	0,1
e) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,0008	0,0025	0,004
f) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,001	0,005	0,01
g) Fosforanów i kwasu krzemowego (w przeliczeniu na PO_4^{3-}), %, nie więcej niż	0,0004	0,001	0,002
h) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0002	0,0003	0,001
i) Żelaza (Fe^{2+}), %, nie więcej niż	0,00015	0,0003	0,0008
j) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0003	0,001	0,0015
k) Baru (Ba^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,002	-
l) Substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym, %, nie więcej niż	0,002	0,002	0,003

Centralny Związek Spółdzielczości Pracy w Warszawie
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego „Polfa” dnia 16 grudnia 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 sierpnia 1971 r.
(Mon. Pol. nr 14/1971 poz. 107)

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas nadchlorowy należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: ampułki ze szkła oranżowego umieszczone w pudełkach z ziemią okrzemkową. Masa ampułek netto: 100, 250, 500 i 1000 g.

Opakowanie wysyłkowe: skrzynie drewniane lub pojemniki. Klasa towaru wg RID - III c zgodnie z PN-70/C-80001.

Na opakowaniach należy umieścić nalepki dla substancji żrących.

4.2. Przechowywanie. Kwas nadchlorowy należy przechowywać w opakowaniach szklanych szczelnie zamkniętych.

4.3. Transport. Do transportu stosować kryte środki przewozu.

Postanowienia odpowiednich przepisów regulujących przewóz materiałów niebezpiecznych i wybuchowych w komunikacji krajowej i międzynarodowej powinny być bezwzględnie przestrzegane. Skrzynie z ampułkami należy układać ściśle obok siebie, tak aby tworzyły zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem się i przemieszczeniem sztuk w czasie transportu.

Wystające wewnątrz środka transportowego części, jak śruby, haki, gwoździe itp. powinny być zabezpieczone lub usunięte, tak aby nie spowodowały uszkodzenia opakowań.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 500 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór skali jodowej przygotowany następująco: 2 g jodu i 10 g jodku potasowego rozpuścić w 100 cm³ wody. 1 cm³ tego roztworu dopełnić wodą do 1000 cm³. 100 cm³ tak otrzymanego roztworu zawiera 2 mg jodu i 10 mg jodku potasowego.

5.2.1.2. Wykonanie badania. 5 cm³ badanego kwasu nadchlorowego umieścić w probówce o średnicy 10 mm. Próbkę kwasu ch.cz i cz.d.a. oglądana wzdłuż osi próbki nie powinna się różnić od 5 cm³ wody oglądanej w takiej samej probówce. Ewentualne zabarwienie 5 cm³ kwasu nadchlorowego cz. nie powinno być ciemniejsze niż 5 cm³ roztworu skali jodowej.

5.2.2. Oznaczanie zawartości kwasu nadchlorowego

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Fenoloftaleina wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy przygotowany wg PN-68/C-06501.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,5000 g kwasu nadchlorowego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać kilka kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia.

Zawartość kwasu nadchlorowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,05023 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 5,023}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,05023 - ilość kwasu nadchlorowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodu, g,

m - odważka badanego kwasu nadchlorowego, g.

Różnica pomiędzy dwoma kolejnymi oznaczaniami nie powinna przekraczać 0,2%.

5.2.3. Oznaczanie gęstości. Gęstość kwasu nadchlorowego oznaczyć na wadze Westphala-Mohr'a lub areometrem po doprowadzeniu temperatury kwasu do 20°C.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu. Odważyć około 15,0000 g (około 9 cm³) kwasu nadchlorowego w tyglu platynowym wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g.

Tygiel zanurzyć w łaźni piaskowej do połowy wysokości i ogrzewać do temperatury około 500°C.

Ogrzewanie prowadzić tak, aby zawartość tygla odparowała w ciągu 4 godz. Po całkowitym odparowaniu roztworu tygiel z suchą pozostałością zdjąć z łaźni, ochłodzić i zważyć.

Pozostałość po prażeniu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

a - masa suchej pozostałości, g,

m - odważka badanego kwasu nadchlorowego, g.

5.2.5. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego

5.2.5.1. Aparatura, odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1 i 2.4.2.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g (około 1,5 cm³) kwasu nadchlorowego dla gatunku ch.cz., 2,00 g (około 1,2 cm³) dla gatunku cz.d.a. i 1,00 g (około 0,6 cm³) dla gatunku cz. rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć do objętości 50 cm³.

Dalej oznaczanie prowadzić wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Powstałe po upływie 10 min żółte zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz - 0,02 mg N,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg N,

dla odczynnika cz. - 0,04 mg N.

5.2.6. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

b) Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwór 25-procentowy.

Pozostałe odczynniki - wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g (około 2,4 cm³) badanego kwasu nadchlorowego dla odczynnika ch.cz. 2,00 g (około 1,2 cm³) dla odczynnika cz.d.a. oraz 1,00 g (około 0,6 cm³) dla odczynnika cz. ostrożnie odparować do sucha na płytce elektrycznej z 0,2 g węglanu sodowego.

Pozostałość rozpuścić w 15 cm³ wody, roztwór zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec papierka lakmusowego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 sposobem A.

Opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 30 min powinna być mniejsza lub równa opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,04 mg SO₄²⁻

dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO₄²⁻

dla odczynnika cz. - 0,1 mg SO₄²⁻

5.2.7. Oznaczanie zawartości fosforanów i kwasu krzemowego (w przeliczeniu na PO₄³⁻)

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Molibdenian amonowy cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83), roztwór 16-procentowy.
- Metol (siarczan p-metyloaminofenolu) cz.d.a.
- Pirosiarczyn sodowy cz.d.a.
- Siarczek sodowy bezwodny.
- Odczynnik A przygotowany w następujący sposób: 5,0 g molibdenianu amonowego rozpuścić w 100 cm³ roztworu kwasu siarkowego i wymieszać. Roztwór jest trwały w ciągu czterech dni.
- Odczynnik B przygotowany w następujący sposób: 0,2 g metolu, 1 g bezwodnego siarczku sodowego i 30 g pirosiarczynu sodowego rozpuścić w 100 cm³ wody i objętość roztworu uzupełnić wodą do 500 cm³. Roztwór jest trwały w ciągu 4 dni.

1) Roztwór wzorcowy fosforanów przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg PO₄³⁻.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g (3,0 cm³) badanego kwasu nadchlorowego dla odczynnika ch.cz., 2,00 g (1,2 cm³) dla odczynników cz.d.a. i cz. rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć do objętości 10 cm³. Następnie dodać 5 cm³ roztworu amoniaku, 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego, 5 cm³ roztworu B, 10 cm³ roztworu A, uzupełnić wodą do objętości 40 cm³ i wymieszać.

Powstałe po upływie 1 godz zabarwienie badanego roztworu powinno być słabsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości rozpuszczoną w 15 cm³ wody pozostałość z 5 cm³ amoniaku odparowanego do sucha w tyglu platynowym, taką samą ilość pozostałych odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg PO₄³⁻

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg PO₄³⁻

dla odczynnika cz. - 0,04 mg PO₄³⁻

5.2.8. Oznaczanie zawartości chlorków

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

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g (około 3,0 cm³) badanego kwasu nadchlorowego dla odczynnika ch.cz., 2,00 g (około 1,2 cm³) dla odczynnika cz.d.a. i cz. rozcieńczyć wodą do objętości 15 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 sposobem A.

Opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min powinna być słabsza lub równa opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch. cz. - 0,01 mg Cl⁻

dla odczynnika cz.d.a. - 0,006 mg Cl⁻

dla odczynnika cz. - 0,02 mg Cl⁻

5.2.9. Oznaczanie zawartości żelaza

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
 - Kwas askorbinowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
 - 2,2'-Dwupirydył cz.d.a., roztwór przygotowany wg PN-68/C-04521.
 - Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwór 25-procentowy.
 - Roztwór wzorcowy żelaza przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Fe²⁺.
- 5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g (około 3,0 cm³) kwasu nadchlorowego dla odczynnika ch.cz., 2,00 g (około 1,2 cm³) dla odczynnika cz.d.a. i 1,00 g (około 0,6 cm³) dla odczynnika cz. rozcieńczyć wodą do objętości 15 cm³. Następnie dodać 5 cm³ roztworu kwasu askorbinowego i 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyłu i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

Różowe zabarwienie powstałe w badanym roztworze powinno być słabsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie w następujący sposób. Odparować do sucha w parownicy ilość roztworu amoniaku w cm³ równą ilości amoniaku zużytego do uzyskania odpowiedniego pH badanego roztworu.

Następnie dodać 0,1 ml roztworu kwasu solnego i przygotować roztwór porównawczy zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,0075 mg Fe²⁺

dla odczynnika cz.d.a. - 0,006 mg Fe²⁺

dla odczynnika cz. - 0,008 mg Fe²⁺.

Oznaczanie zawartości żelaza można przeprowadzić również przy pomocy rodanku amonowego wg PN-68/C-04521 p. 2.5, przy czym oznaczanie przy pomocy 2,2'-dwupirydyłu stosować jako arbitrażowe.

5.2.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwór 25-procentowy.

Pozostałe odczynniki - wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.2.10.2. Wykonanie oznaczenia. 10,00 g (około 6,0 cm³) badanego kwasu nadchlorowego dla odczynnika ch.cz., 2,50 g (około 1,5 cm³) dla odczynnika cz.d.a. i 2,00 g (około 1,2 cm³) dla odczynnika cz. odparować do sucha w parownicy na łożni piaskowej.

Po ochłodzeniu parownicy pozostałość rozpuścić w 0,2 cm³ roztworu kwasu solnego i 10 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Zabarwienie powstałe w badanym roztworze powinno być słabsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,03 mg Pb²⁺

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb²⁺

dla odczynnika cz. - 0,03 mg Pb²⁺.

5.2.11. Oznaczanie zawartości baru

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83), roztwór 30-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy baru przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ba²⁺.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g (około 2,6 cm³) badanego kwasu nadchlorowego ch.cz. i cz.d.a. roz-

cieńczyć 5 cm³ wody i zubożyć roztworem amoniaku. Następnie uzupełnić wodą do 18 cm³, zagrzzać do wrzenia i dodać 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego.

Zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 30 min powinno być słabsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika ch.cz. - 0,08 mg Ba²⁺

dla odczynnika cz.d.a. - 0,08 mg Ba²⁺.

5.2.12. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym

5.2.12.1. Odczynniki. Alkohol etylowy rektyfikowany 96-procentowy.

5.2.12.2. Wykonanie oznaczania. 50,00 g badanego kwasu (około 32 cm³) zmieszać z 80 cm³ alkoholu etylowego, aż do zaniku granicy warstw.

Otrzymany roztwór przesączyć przez szklany tygiel G4 uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 105°C, przemyć tygiel 200 cm³ alkoholu etylowego i suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Badany kwas nadchlorowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonego osadu nie przekracza:

dla odczynnika ch.cz. - 1 mg,

dla odczynnika cz.d.a. - 1 mg,

dla odczynnika cz. - 1,5 mg.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6191-96

Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego PC-1740-69 przyjętego przez Stałą Komisję Przemysłu Chemicznego RWPG w Lipsku w 1968 r.