

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Odczynniki Chlorowodorek hydrazyny	6191-145
		Grupa katalogowa X 52

### 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorowodorek hydrazyny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorowodorek hydrazyny ma:

- wzór chemiczny  $H_2N \cdot NH_2 \cdot 2HCl$ ,
- masę cząsteczkową 104,97 (1967 r.).

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

**2.2. Przykład oznaczenia chlorowodoru hydrazyny czystego do analizy:**

CHLOROWODOREK HYDRAZyny cz.d.a. BN-76/6191-145

### 3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wygląd	bezbarwne igły lub białe krystaliczny proszek	
b) Zawartość chlorowodoru hydrazyny ( $H_2N \cdot NH_2 \cdot 2HCl$ ), %, nie mniej niż	98,5÷100,2	98,0÷100,2
c) Zawartość wolnego kwasu solnego, %, nie więcej niż	0,5	1,0
d) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Pozostałości po prażeniu (w postaci siarczanów), %, nie więcej niż	0,05	0,1
f) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,005
g) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Chlorowodorek hydrazyny należy pakować i znakować zgodnie z PN-70/C-80001.

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

Masa netto: 25, 100, 250, 500 g.

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.

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

**4.2. Przechowywanie.** Chlorowodorek hydrazyny należy przechowywać w szklanych słojach szczelnie zamkniętych. Chronić przed działaniem światła i wilgoci.

**4.3. Transport.** Chlorowodorek hydrazyny w opakowaniu jak w 4.1 przewozić należy krytymi środkami przewozowymi: kolejowymi i samochodowymi. W czasie transportu opakowania należy zabezpieczyć przed przesuwaniami i wzajemnym uszkodzeniem.

**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 300 g.

#### 5.2. Opis badań

**5.2.1. Oznaczanie zawartości chlorowodoru hydrazyny**

##### 5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

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

**5.2.1.2. Wykonanie oznaczenia.** Około 1,0000 g badanego chlorowodoru hydrazyny rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.

25 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu odmierzyć pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 1 g kwaśnego węglanu sodowego i powoli miareczkować

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)

roztworem jodu, dodając pod koniec miareczkowania 1 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi.

Zawartość chlorowodoru hydrazyny ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,002624 \cdot 10 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $V$  - objętość ściśle 0,1 N roztworu jodu użytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 0,002624 - ilość chlorowodoru hydrazyny odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu jodu, g,  
 $m$  - odważka badanego chlorowodoru hydrazyny, g.

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

#### 5.2.2. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu solnego

##### 5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.  
 b) Oranż metylowy wsk., roztwór 0,1-procentowy.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 50 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego wg 5.2.1.2 odmierzyć pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać kilka kropli roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy wskaźnika.

Zawartość chlorowodoru hydrazyny metodą acydymetryczną ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,010497 \cdot 5 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $V$  - objętość ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 0,010497 - ilość chlorowodoru hydrazyny odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego,  
 $m$  - odważka badanego chlorowodoru hydrazyny, g.

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

Zawartość wolnego kwasu solnego w badanym chlorowodoru hydrazyny ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = (X_2 - X_1) \cdot 0,3473$$

w którym:

- $X_2$  - zawartość chlorowodoru hydrazyny oznaczona metodą acydymetryczną, %,  
 $X_1$  - zawartość chlorowodoru hydrazyny oznaczona metodą jodometryczną, %,  
 0,3473 - współczynnik przeliczeniowy chlorowodoru hydrazyny na kwas solny.

5.2.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 60,00 g badanego chlorowodoru hydrazyny i wykonać oznaczenie zgodnie z PN-54/C-04517.

Badany chlorowodorek hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,  
 dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.2.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (w postaci siarczanów). W wyprażonym do stałej masy i zważonym z dokładnością do 0,0002 g tyglu porcelanowym odważyć 2,00 g badanego chlorowodoru hydrazyny.

Tygiel z zawartością ogrzewać na łaźni piaskowej do całkowitego rozłożenia się preparatu, następnie ostudzić.

Pozostałość zwilżyć 1 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu kwasu siarkowego, ponownie odparować do odpędzenia dymów kwasu siarkowego i wyprażyć w temperaturze 600÷700°C do stałej masy.

Badany chlorowodorek hydrazyny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. - 1 mg,  
 dla odczynnika cz. - 2 mg.

#### 5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 p. 2.3, ponadto

- a) kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy,  
 b) kwaśny węgiel sodowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorowodoru hydrazyny rozpuścić w 5 cm<sup>3</sup> wody w porcelanowej parownicy pojemności 50 cm<sup>3</sup>. Dodać 3 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, 0,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwaśnego węglanu sodowego, wymieszać i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Do suchej pozostałości dodać 3 cm<sup>3</sup> 25-procentowego roztworu kwasu solnego i ponownie odparować do sucha.

Pozostałość rozpuścić w 1 cm<sup>3</sup> 10-procentowego kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczenie zgodnie z PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany chlorowodorek 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 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,  
 dla odczynnika cz. - 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

#### 5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>3+</sup>)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2 lub PN-75/C-04521/02 p. 4.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego chlorowodoru hydrazyny dla odczynnika cz.d.a. i 5,00 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie zgodnie z PN-68/C-04521 p. 2.5 lub PN-75/C-04521/02.

Badany chlorowodorek 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. - 0,05 mg  $Fe^{3+}$ ,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg  $Fe^{3+}$ .

#### 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. 1,00 g badanego chlorowodoru hydrazyny rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany chlorowodorek 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. - 0,01 mg  $Pb^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. - 0,02 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-67/CZSP/E-11/267.

#### 3. Normy związane

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

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

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

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

#### 4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3617-72 Реактивы. Гидразин солянокислый