

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-85
	Odczynniki Szcawian amonowy		6193-20
			Zamiast BN-69/6193-20
			Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest szcawian amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Szcawian amonowy ma:

- wzór chemiczny $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$,
- masę molową 142,11 g/mol.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zanieczyszczeń i głównego składnika rozróżnia się trzy gatunki szcawianu amonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia szcawianu amonowego chemicznie czystego:

SZCZAWIAN AMONOWY ch.cz. BN-85/6193-20

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Szcawian amonowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształków rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Szcawianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, %(m/m), nie mniej niż	99,8	99,8	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu (jako SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,015	0,03

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
d) Chlorków (Cl^-), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,005	0,02
f) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001	0,0015
g) Żelaza (Fe^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie

4.1.1. Opakowanie jednostkowe — słoiki ze szkła oranżowego typu POCh wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wyłożoną podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną wg BN-73/6419-02. Nakrętki należy dodatkowo zabezpieczyć taśmą samoprzylepną.

Masa netto — 100, 250, 500, 1000 g.

4.1.2. Opakowania transportowe — worki z folii polietylenowej wg BN-77/6414-06 umieszczone w bębnach tekturowych wg ZN-79/ZZG-III-177 lub w beczkach drewnianych wg PN-76/O-79351. Beczki drewniane muszą być odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 2, odmiany 3.

Opakowania transportowe dla słoików stanowią skrzynie drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typ UJC, odporne na uszkodzenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 2 i odmiany 1. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w skrzyniach w jednej warstwie.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego i transportowego, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem, zabezpieczający ja-

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 18 marca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1985 poz. 12)

kość produktu w sposób nie gorszy od ww. opakowań oraz mający wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

Opakowanie powinno być zgodne z obowiązującymi przepisami transportowymi dotyczącymi przewozu materiałów niebezpiecznych¹⁾.

4.1.3. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać wg PN-70/C-80001 p. 4.2.3.

Szczawian amonowy zaliczany jest Rozporządzeniem Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej do substancji szkodliwych „Wykaz B”.

Należy na etykiecie umieścić dodatkowy napis: „Ostrożnie środek szkodliwy”, drukiem o barwie czerwonej, pod nazwą odczynnika w języku angielskim. Na etykietach małych umieścić napis na skrzydełku etykiety.

4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać wg PN-76/O-79252, podając co najmniej:

- nazwę lub znak dostawcy,
- nazwę producenta,
- oznaczenie wg 2.2,
- datę produkcji lub nr partii,
- liczbę opakowań jednostkowych w opakowaniu transportowym,
- masę brutto opakowania transportowego,
- znaki ostrzegawcze i manipulacyjne:

napis ostrzegawczy „Ostrożnie środek szkodliwy” zgodny z Rozporządzeniem Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej¹⁾, znaki manipulacyjne na skrzyniach wg PN-76/O-79252 p. 2.4.1 i 2.4.3,

h) dopuszczalną liczbę warstw składowania dla beczek drewnianych i dla skrzyń — 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturewych — 1,

i) dopuszczalną liczbę warstw ładowania dla skrzyń — 4, dla beczek — 3, dla palet skrzynkowych z drutu — 2, dla bębnow tekturewych — 1.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Szczawian amonowy należy przechowywać w krytych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach magazynowych. Dopuszcza się 4 warstwy jako maksymalną liczbę warstw składowania dla beczek drewnianych i skrzyń.

Okres gwarancji szczawianu amonowego wynosi 2 lata od daty produkcji.

4.4. Transport. Szczawian amonowy należy przewozić dowolnym krytym środkiem transportu. Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzyń — 4, dla beczek drewnianych — 3.

Ładowanie i wyładowanie powinno odbywać się zgodnie z odpowiednimi Rozporządzeniami Ministra Komunikacji o ładowaniu i wyładowaniu danego środka transportu¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości szczawianu amonowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 100 g,
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 300 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Czystość odczynników. Przy wykonywaniu analiz należy stosować odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę redestylowaną.

5.3.2. Oznaczanie zawartości szczawianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy, roztwór 25%(m/m). Kwas powinien mieć jasnoróżową barwę po dodaniu kilku kropli roztworu nadmanganianu potasowego.

b) Nadmanganian potasowy, roztwór o $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ (dotychczas roztwór 0,1N), przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.9.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,3000 g badanego szczawianu amonowego rozpuścić w kolbie stożkowej w 30 ml przegotowanej ochłodzonej wody. Do roztworu dodać 20 ml roztworu kwasu siarkowego i miareczkować (nie oziębiając) roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia trwałego różowego zabarwienia.

Zawartość szczawianu amonowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0071055 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,71055}{m} \quad (1)$$

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

w którym:

V — objętość roztworu nadmanganianu potasowego ściśle o $c(1/5KMnO_4) = 0,1$ mol/l zużytego do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego szczawianu amonowego, g,

0,0071055 — ilość szczawianu amonowego odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o $c(1/5KMnO_4) = 0,1$ mol/l, g.

5.3.3. Oznaczenie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego szczawianu amonowego rozpuścić w 500 ml wody ogrzewając przez 1 h na łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty i wysuszony do stałej masy szklany tygiel G 4. Pozostałość na tyglu przemyć 200 ml gorącej wody i wysuszyć w temperaturze $105 \pm 2^\circ C$ do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym a — masa wysuszonej pozostałości, g.

5.3.4. Oznaczenie pozostałości po prażeniu (jako siarczany). 20,00 badanego szczawianu amonowego dla odczynnika ch.cz. lub 10,00 dla odczynnika cz.d.a. i cz. umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu platynowym, dodać 1 ml kwasu siarkowego ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) i ogrzewać na łaźni piaskowej do usunięcia substancji organicznych, a następnie wyprażyć do stałej masy. Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika ch.cz. — 1,0 mg,
- dla odczynnika cz.d.a. — 1,5 mg,
- dla odczynnika cz. — 3,0 mg.

5.3.5. Oznaczenie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04518 p. 2.3.1.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego szczawianu amonowego rozpuścić w 50 ml ciepłej wody, w razie potrzeby przesączyć przez sącdek uprzednio odmyty gorącą wodą od jonów Cl^- . Roztwór ochłodzić, dodać 10 ml roztworu kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra. Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 20 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie powstałe w roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Cl^- .

5.3.6. Oznaczenie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m) przygotowany w następujący sposób: 10,00 g chlorku barowego rozpuścić w 90 ml wody. W razie potrzeby roztwór

przesączyć po 24 h, przez przemyty, twarde, bezpopiołowy sącdek.

b) Kwas solny, roztwór 25%(m/m).

c) Węglan sodowy bezwodny.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.55 i rozcieńczony 10+990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego powinien zawierać 0,01 mg SO_4^{2-} .

e) Węglan sodowy bezwodny.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego szczawianu amonowego umieścić w tyglu platynowym, dodać 0,2 g węglanu sodowego i 15 ml wody. Roztwór odparować do sucha, początkowo na łaźni wodnej, a następnie na łaźni piaskowej i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze $550^\circ C$ do całkowitego rozkładu. Pozostałość ochłodzić, rozpuścić w 10 ml wody, przenieść ilościowo do tygla porcelanowego, dodać 1 ml roztworu nadtlenku wodoru. 0,1 ml roztworu kwasu solnego i odparować ponownie do sucha. Po ochłodzeniu do pozostałości dodać 0,5 ml roztworu kwasu solnego, objętość roztworu dopełnić wodą do 40 ml i przesączyć przez sącdek przemyty uprzednio gorącą wodą. Następnie pobrać 20 ml (1 g) przesącza i dodać 1 ml chlorku barowego. Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 30 min nie będzie silniejsze niż zmętnienie powstałe w roztworze porównawczym przygotowanym jednocześnie w następujący sposób: 0,2 g węglanu sodowego, 1 ml nadtlenku wodoru i 0,1 ml roztworu kwasu solnego odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 40 ml wody zawierającej 0,5 ml roztworu kwasu solnego i przesączyć przez sącdek uprzednio przemyty gorącą wodą. Do 20 ml przesącza dodać:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,
 - dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,
 - dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-}
- i 1 ml roztworu chlorku barowego.

5.3.7. Oznaczenie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-80/C-04515 p. 2.2.1. i 2.4.3.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczenia. 2,00 g badanego szczawianu amonowego przygotować wstępnie wg PN-80/C-04515 p. 2.2.2., a następnie wykonać oznaczenie wizualnie metodą tioacetamidową wg PN-80/C-04515 p. 2.4.4. Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Pb^{2+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,03 mg Pb^{2+} .

5.3.8. Oznaczenie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/02 oraz kwas azotowy, roztwór 25%(m/m).

5.3.8.2. Wykonanie oznaczenia. 3,00 g badanego szczawianu amonowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 2,00 g dla odczynnika cz. przeprażyć w tyglu por-

celanowym do całkowitego rozkładu. Do pozostałości dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego i odparować do sucha. Otrzymaną pozostałość zwilżyć 1 ml kwasu azotowego, rozpuścić w 15 ml wody i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Dalej próbkę przygotować wg PN-81/C-04521/02 p. 6, zmierzyć absorbancję wg PN-81/C-04521/02 p. 8 i porównać z absorbancją roztworu porównawczego przygoto-

wanego jednocześnie i zawierającego te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika ch.cz. — 0,015 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe^{3+} .

Badany szczawian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja próbki badanej jest równa lub mniejsza od absorbancji próbki porównawczej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6193-20

- a) zastrzono wymagania dotyczące dopuszczalnej zawartości siarczanów dla gatunku cz.d.a.,
- b) wprowadzono oznaczanie żelaza metodą spektrofotometryczną,
- c) wprowadzono sposób wyrażania stężeń roztworów w molach na litr.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich
- PN-82/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną
- PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwi-pirydyli
- PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)
- PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR
- PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych.

Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewne

BN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia.

Wymagania i badania

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCh do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

ZN-79/ZZG-III-177 Bębny transportowe zwijane z papieru. Ogólne wymagania i badania

Umowa o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz. U. 1974 r. nr 15 poz. 81)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do normy międzynarodowej RIV (Dz. T. i Z. K. 1981 r. nr 15 poz. 119)

Przepisy o ładowaniu i wyładunku wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej Załącznik nr 10 do DKP (Dz. T. i Z. K. 1968 r. nr 4 poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1965 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol 1963 r. nr 24 poz. 123 i z 1968 r. nr 35 poz. 250)

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. 1964 r. nr 2 poz. 9)

4. Symbol wg SWW

ch.cz. — 1331-43,

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Autor projektu normy — mgr inż. Jadwiga Płoucha — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.