

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki	6193-26
	Chlorowodorek hydroksyloaminy	Zamiast BN-64/6191-12 51
		Grupa katalogowa X 527

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorowodorek hydroksyloaminy, stosowany jako odczynnik chemiczny w analizie chemicznej.

Chlorowodorek hydroksyloaminy ma:

- a) wzór chemiczny - $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$
 b) masę cząsteczkową - 69,49 (wg międzynarodowych mas atomowych z 1961 r.).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
 PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem
 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-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych
 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 dwa gatunki chlorowodoru hydroksyloaminy, oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorowodoru hydroksyloaminy gatunku "czysty do analizy":

CHLOROWODOREK HYDROKSYLOAMINY cz.d.a.
 BN-71/6193-26

¹⁾ Symbol wg SWW dla odczynnika:

- cz.d.a. 1331-11,
 cz. 1131-425.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorowodorek hydroksyloaminy powinien mieć postać blaszek lub igieł bezbarwnych, krystalicznych i przezroczystych, łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Chlorowodoru hydroksyloaminy, %, nie mniej niż	98,50	96
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,002	0,005
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,01	0,05
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Soli amonowych (w przeliczeniu na NH_4Cl), %, nie więcej niż	0,2	0,8
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0003	0,0007
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	0,0001
i) Wolnych kwasów (jako HCl), %, nie więcej niż	0,5	0,5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie i przechowywanie. Chlorowodorek hydroksyloaminy należy pakować i przechowywać zgodnie wg PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego lub polietylenowego z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową albo słoiki szklane ze szlifem.

Masa opakowań netto: 25, 50, 100, 250, 500, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4.2. Transport. Odczynnik - siarczan hydroksyloaminy należy przewozić zgodnie z przepisami dla materiałów niebezpiecznych według postanowień dekrety o przewozie przesyłek kolejami oraz przepisów wykonawczych.

Zgłoszona przez Centralny Związek Spółdzielczości Pracy
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Farmaceutycznego Polfa dnia 28 kwietnia 1971 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i odbioru od dnia 1 stycznia 1972 r.
 (Mon. Pol. nr 36/1971 poz. 237)

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek i przygotowanie roztworu próbki do badań. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej powinno być zgodne z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

W celu przeprowadzenia niektórych oznaczeń należy przygotować roztwór odczynnika w następujący sposób: 50,00 g badanego odczynnika odważyć do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i rozpuścić w wodzie destylowanej, po czym uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości procentowej chlorowodoru hydroksyloaminy

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alun żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.
- b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- d) Mieszanina Reinhardta przygotowana wg PN-68/C-06501.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczenia. Około 0,6000 g odczynnika rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 25 cm³ otrzymanego roztworu przenieść do kolby kulistej pojemności 250 cm³, dolać 7 cm³ roztworu kwasu siarkowego i 15 cm³ roztworu alunu żelazowo-amonowego, wymieszać i ogrzewać do wrzenia w ciągu 10 min.

Następnie zamknąć kolbę korkiem z wentylem Bunsena i szybko ochłodzić strumieniem zimnej wody do temperatury 18 ± 20°C, po czym dodać przez wentyl około 120 cm³ wody destylowanej oraz cm³ mieszaniny Reinhardta i natychmiast zmiareczkować 0,1n roztworem nadmanganianu potasowego w temperaturze nie wyższej niż 20°C do pierwszego pojawienia się różowej barwy roztworu.

Równocześnie z każdym oznaczeniem należy wykonać ślepa próbę w celu ustalenia objętości nadmanganianu potasowego zużytego na zmiareczkowanie tej samej ilości odczynników, ale bez dodania badanego chlorowodoru hydroksyloaminy.

Zawartość procentową chlorowodoru hydroksyloaminy (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,003475 \cdot 250 \cdot 100}{m_1 \cdot 25} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 3,475}{m_1}$$

w którym:

- V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego na zmiareczkowanie badanego roztworu, cm³,
- V_2 - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do zmiareczkowania w ślepej próbie, cm³,
- m_1 - odważka badanego chlorowodoru hydroksyloaminy, g,

0,003475 - ilość chlorowodoru hydroksyloaminy odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

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

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g chlorowodoru hydroksyloaminy umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 200 cm³ wody.

Zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym, umieścić w łaźni wodnej i ogrzewać w ciągu 1 godz.

Gorący roztwór przesączyć przez tygiel z filtrem ze szkła spiekanego G4, uprzednio doprowadzony do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość na sączku przemyć 100 cm³ gorącej wody i suszyć w suszarce w temperaturze 100 ± 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m_1 - masa pozostałości, g,
- m - odważka badanego chlorowodoru hydroksyloaminy, g.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu (jako siarczan)

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4),
- b) Kwas siarkowy, roztwór 20-procentowy.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczenia. 10,00 g badanego odczynnika rozpuścić w 40 cm³ wody. Do porcelanowej parownicy uprzednio wyprażonej do stałej masy z dokładnością do 0,002 g, wlać 16 cm³ kwasu azotowego i ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 5 min w temperaturze wrzenia.

Następnie ostrożnie kroplami dolewać do parownicy badanego roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy.

Otrzymany roztwór ochłodzić, dodać 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego i odparować najpierw na łaźni wodnej, a następnie na piaskowej do usunięcia par kwasu siarkowego.

Pozostałość prażyć w piecu muflowym do stałej masy w temperaturze około 800°C.

Badany odczynnik odpowiada wymaganom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości będzie nie większa niż:

- dla odczynnika cz.d.a. - 1 mg,
- dla odczynnika cz. - 5 mg.

W razie potrzeby przy oznaczaniu należy uwzględnić poprawkę na pozostałość po prażeniu kwasu azotowego i kwasu siarkowego w użytych do oznaczania ilościach, którą określa się na podstawie ślepej próby.

5.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04519 p. 2.4.3

sposobem A. Pobrać 30 cm³ (SO₄²⁻) roztworu przygotowanego wg 5.1. Do roztworów porównawczych dodać: dla odczynnika cz.d.a. - 0,06 mg, a dla odczynnika cz. - 0,15 mg SO₄²⁻.

5.2.5. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH₄Cl)

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy (1,4).
- Kwas siarkowy, roztwór 0,1n.
- Wodorotlenek sodowy, roztwory: 0,1n i 20-procentowy.
- Wskaźnik Tashiro przygotowany następująco: zmieszać równe objętości 0,2-procentowego alkoholowego roztworu czerwieni metylowej i 0,1-procentowego roztworu alkoholowego błękitu metylowego.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 250 cm³ wlać 20 cm³ roztworu próbki przygotowanego wg 5.1 (odpowiadającego 2 g preparatu), dodać 10 cm³ kwasu azotowego i ostrożnie podgrzać do rozpoczęcia burzliwej reakcji. Po zakończeniu reakcji.

Po zakończeniu reakcji roztwór ochłodzić i przelać do kolby destylacyjnej. Do kolby z badanym roztworem dolać 30 cm³ 20-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, kolbę połączyć z chłodnicą i ogrzewać do wrzenia. Do odbieralnika zawierającego 25 cm³ 0,1n roztworu kwasu siarkowego i 1-2 kropli wskaźnika Tashiro oddestylować około 70 cm³ cieczy.

Nadmiar kwasu siarkowego w odbieralniku miareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego.

Przy każdym oznaczaniu należy wykonywać ślepe próby na zawartość amoniaku w użytych do reakcji odczynnikach.

Zawartość amoniaku (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0,0018 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V₂ - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie w ślepej próbie, cm³,
 V₃ - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie badanego roztworu, cm³,
 m - odważka badanego odczynnika, g,

0,0018 - ilość amoniaku odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu kwasu siarkowego, g.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04521 p. 2.5.4.2, biorąc do analizy 2,00 g badanego odczynnika. Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,006 mg Fe³⁺
 dla odczynnika cz. - 0,014 mg Fe³⁺

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb²⁺) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04515 p. 2.5 metodą wizualną bez komparatora, biorąc do analizy 5,00 g badanego odczynnika. Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Pb²⁺
 dla odczynnika cz. - 0,05 mg Pb²⁺.

5.2.8. Oznaczanie zawartości arsenu (As) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04511 biorąc do analizy 2,00 g badanego odczynnika. Do roztworów porównawczych dodać dla odczynników cz.d.a. i cz. 0,002 mg As.

5.2.9. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów jako (HCl)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy lub potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Alkohol metylowy cz.d.a.
- Żółcień dwumetylowa, roztwór 0,1-procentowy w 90-procentowym alkoholu etylowym.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,0000 g badanego odczynnika rozpuścić w 50 cm³ alkoholu metylowego, dodać 3 krople żółcień dwumetylowej i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego do wyraźnie żółtego koloru.

Zawartość wolnych kwasów (X₄) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,03647 \cdot 100}{m} = \frac{3,647 \cdot V}{m}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego lub sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
 0,03647 - ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego, g,
 m - odważka badanego odczynnika, g.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6193-26

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6191-12

- uaktualniono normy związane,
- w wymaganiach zmniejszono zawartość soli amonowych.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia normalizacyjne PC 1751-69.