

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Odczynniki	6193-27
	Siarczan hydroksyloaminy	SA Grupa katalogowa X 52 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Siarczan hydroksyloaminy ma:

- wzór chemiczny $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$,
- masę cząsteczkową 164,15 (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 strącanych siarkowodorem
- PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- 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 siarczanu hydroksyloaminy oznaczone:

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

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

SIARCZAN HYDROKSYLOAMINY cz.d.a. BN-71/6193-27

¹⁾ Symbol wg SWW dla odczynnika:

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

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan hydroksyloaminy powinien mieć postać bezbarwnych niehigroskopijnych krystalicznych kryształków, łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu hydroksyloaminy $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$, %, nie mniej niż	98,00	96,00
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu (jako siarczany), %, nie więcej niż	0,03	0,05
d) Soli amonowych (w przeliczeniu na $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), %, nie więcej niż	0,2	0,8
e) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,005
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002
g) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	0,0001
h) Metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,002

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie i przechowywanie. Siarczan hydroksyloaminy należy pakować, znakować i przechowywać wg PN-70/C-80001. Rodzaje opakowań: słoiki ze szkła oranżowego lub polietylenowe z nakrętką z tworzywa sztucznego z podkładką polietylenową albo słoiki szklane ze szlifem.

Masa opakowań netto: 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 dekretu 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 obrotu 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 500 g.

W celu przeprowadzenia niektórych oznaczeń należy przygotować roztwór odczynnika w następujący sposób: 50,00 g 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 siarczanu hydroksyloaminy

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Ażun żelazowo-amonowy cz., roztwór 40-procentowy.
- b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 1,6000 g badanego odczynnika umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, rozpuścić w wodzie i uzupełnić wodą do kreski, po czym dokładnie wymieszać.

25 cm³ roztworu umieścić w kolbie kulistej pojemności 250 cm³, dolać 7 cm³ roztworu kwasu siarkowego i 15 cm³ roztworu ażunu żelazowo-amonowego oraz gotować w ciągu 10 min.

Następnie kolbę należy szybko ochłodzić do temperatury 18 ÷ 20°C, po czym dodać do roztworu 120 cm³ wody destylowanej i szybko zmiareczkować 0,1n roztworem nadmanganianu potasowego do pierwszego pojawienia się różowej barwy roztworu.

Przy każdym oznaczaniu należy wykonywać ślepe próbki w celu oznaczenia objętości nadmanganianu potasowego zużytego na zmiareczkowanie tej samej ilości odczynników bez badanego siarczanu hydroksyloaminy.

Zawartość procentową siarczanu hydroksyloaminy (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,004104 \cdot 250 \cdot 100}{m_1 \cdot 25} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 4,104}{m_1}$$

w którym:

- V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego na zmiareczkowanie badanej próbki, cm³,
- V_2 - objętość ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego zużytego na zmiareczkowanie w ślepej próbce, cm³,
- m - odważka badanego siarczanu hydroksyloaminy, g,
- 0,004104 - ilość siarczanu hydroksyloaminy odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g.

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

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 20,00 g badanego siarczanu hydroksyloaminy umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 200 cm³ wody destylowanej. Zlewkę należy umieścić na łaźni wodnej, przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 1 godz.

Następnie gorący roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g tygiel z filtrem ze szkła spiekane-go G4.

Osad przemyć 100 cm³ gorącej wody i suszyć w suszarce w temperaturze 100 ÷ 105°C do stałej masy.

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

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

w którym:

- m_1 - masa substancji nierozpuszczalnych, g,
- m - odważka badanego siarczanu hydroksyloaminy, g.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory. Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego odczynnika rozpuścić w 20 cm³ wody. Do stożkowej kolby wlać 10 cm³ kwasu azotowego, podgrzewać na łaźni wodnej pod wyciągiem, a następnie kroplami wlać przygotowany i rozpuszczony w wodzie badany siarczan hydroksyloaminy.

Po zakończeniu burzliwej reakcji roztwór flościowo przelać do kwarcowej parownicy odpowiednio przygotowanej i wyprażonej do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g.

Parownicę umieścić na łaźni wodnej i odparować do sucha. Następnie pozostałość prażyć na łaźni piaskowej do stałej masy w temperaturze czerwonego żaru z dokładnością do 0,0002 g.

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

- dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,
- dla odczynnika cz. - 7,5 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości soli amonowych $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

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

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 250 cm³ wlać 20 cm³ roztworu próbki przygotowanego wg 5.1 (odpowiadającego 2 g preparatu), do-

dać 10 cm³ kwasu azotowego i ostrożnie podgrzać do rozpoczęcia burzliwej reakcji.

Po zakończeniu reakcji roztwór ochłodzić i przełożyć 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 odmiareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego.

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

Zawartość amoniaku (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- V_2 - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie w ślepej próbie, cm³,
 V_3 - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie badanego roztworu, cm³,
 m - odważka odczynnika, g,

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

5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04518 sposobem A, biorąc do analizy 2,00 g badanego odczynnika. Do roztworów porównawczych dodać:

- dla cz.d.a. - 0,04 mg Cl⁻,
dla cz. - 0,1 mg Cl⁻.

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 cz.d.a. - 0,02 mg Fe³⁺,
dla cz. - 0,04 mg Fe³⁺.

5.2.7. Oznaczanie zawartości arsenu (As) należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04511, biorąc do analizy 2,00 g badanego odczynnika. Do roztworu porównawczego dodać 0,002 mg As.

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

dla cz.d.a. - 0,05 mg Pb²⁺,
dla cz. - 0,1 mg Pb²⁺.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6193-27

1. Istotne zmiany w stosunku do ZN-56/MPCh/F-590. Niniejsza norma zastępuje ZN-56/MPCh/F-590, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany:

a) uaktualniono normy związane,

b) w wymaganiach zmniejszono zawartość soli amonowych.

2. Zalecenia międzynarodowe. Niniejsza norma jest wdrożeniem Zalecenia normalizacyjnego PC-1750-59.