

PRODUKTY CHEMICZNE NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-80
	Rodanek potasowy techniczny	6016-61
		Grupa katalogowa 1014

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest rodanek potasowy techniczny otrzymywany w wyniku reakcji rodanku amonowego i wodorotlenku potasowego.

Rodanek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny: $KSCN$,
- b) masę cząsteczkową: 97,18 (1961 r.)
- c) inną nazwę: tiocyjanian potasowy.

Rodanek potasowy techniczny stosowany jest do produkcji barwników, antybiotyków, mieszanin chłodzących oraz w metalurgii.

2. OZNACZENIE

RODANEK POTASOWY TECHNICZNY BN-80/6016-61

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Rodanek potasowy techniczny powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, rozplywających się na powietrzu, bardzo łatwo rozpuszczalnych w wodzie, łatwo rozpuszczalnych w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Rodanku potasowego, %, nie mniej niż	97,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,1
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,1
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,005
f) Amonu (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,1
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005
h) Innych związków siarki (S^{2-}), %, nie więcej niż	0,4

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Rodanek potasowy techniczny należy pakować w worki polietylenowe wg BN-77/6414-06, umieszczone w workach polipropylenowych wg BN-75/7671-03, w ilości nie większej niż 40 kg netto. Znakowanie worków należy wykonać zgodnie z PN-76/O-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym worku trwały napis lub wywieszkę zawierającą co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii i datę produkcji,
- d) masę brutto i netto,
- e) znak KJ.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniami się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Rodanek potasowy techniczny należy przechowywać w szczelnie zamkniętych opakowaniach wg 4.1, w pomieszczeniach chłodnych, zabezpieczonych przed opadami atmosferycznymi.

Rodanek potasowy techniczny opakowany zgodnie z 4.1 zachowuje własności użytkowe w ciągu 1 roku od daty produkcji.

4.4. Transport. Rodanek potasowy techniczny w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi. W czasie transportu opakowania należy zabezpieczyć przed przesuwaniami, zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi. Przy przewozie koleją należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszcza-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 25 kwietnia 1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.
(Dz. Norm i Miar nr 12/1980 poz. 53)

niem się w czasie transportu, w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych.

W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości rodanku potasowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie zawartości amonu (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie innych związków siarki (3.2h).

5.2. Wielkość partii. Partię rodanku potasowego technicznego stanowi najwyżej 500 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Z każdego opakowania należy pobrać próbnikiem 14÷16 wg PN-74/C-60008, wprowadzając go do $\frac{3}{4}$ głębokości, taką liczbę próbek, aby po sporządzeniu próbki ogólnej i wymieszaniu jej można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych, w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych przez 3 miesiące — w przypadku odbiorcy krajowego i 6 miesięcy — w przypadku przesyłek kierowanych na eksport.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych należy wykonać wizualnie.

5.4.2. Oznaczanie zawartości rodanku potasowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Rodanek potasowy cz.d.a., wysuszony do stałej masy w temperaturze 150°C.
- Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a., przygotowany wg PN-76/C-06501 p. 2.9.
- Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Azotan rtęciowy cz.d.a. ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) roztwór 0,1N, przygotowany w następujący sposób: w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ rozpuścić 17,00 g azotanu rtęciowego w wodzie z dodatkiem 30 cm³ kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu roztwór dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór na-

leży przechowywać w butelce ze szkła oranżowego. Miano roztworu należy ustalić po 24 h.

Ze względu na toksyczność związku praca z roztworem azotanu rtęciowego wymaga zachowania szczególnej ostrożności.

5.4.2.2. Ustalenie normalności roztworu azotanu rtęciowego. 0,3000 g rodanku potasowego wysuszonego wg 5.4.2.1a) rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i miareczkować roztworem azotanu rtęciowego do zaniku barwy roztworu miareczkowanego.

Normalność roztworu azotanu rtęciowego obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{m_1 \cdot 1000}{97,18 \cdot V_1} \quad (1)$$

w którym:

- m_1 — odważka rodanku potasowego, g,
- V_1 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- 97,18 — gramorównoważnik rodanku potasowego, g.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. 0,2500 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody. Dodać 5 cm³ roztworu kwasu azotowego, 1 cm³ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i miareczkować roztworem azotanu rtęciowego do zaniku barwy roztworu.

Zawartość rodanku potasowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot N \cdot 97,18 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} \quad (2)$$

w którym:

- V_2 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- N — normalność roztworu azotanu rtęciowego,
- m_2 — odważka badanego rodanku potasowego, g,
- 97,18 — gramorównoważnik rodanku potasowego, g.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory. Chlorek żelazowy cz.d.a. ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), roztwór przygotowany w sposób następujący: 100 g chlorku żelazowego rozpuścić w 1 dm³ wody zawierającej 10 cm³ kwasu azotowego.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 100 cm³ wody i ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 50°C w ciągu 1 h. Roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy tygiel szklany G4. Pozostałość na tyglu przemyć porcjami gorącą

wodą do zaniku reakcji na jon CNS^- . W tym celu należy nanieść kroplę przesączu na bibułę nasycaną roztworem chlorku żelazowego. Nie powinno powstać czerwone zabarwienie. Tygiel z pozostałością suszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy 5 mg.

5.4.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy,

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N,

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.13 i rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 9. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg Cl^- .

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego rodanku potasowego umieścić w zlewce pojemności 100 cm^3 i rozpuścić w 25 cm^3 wody. Dodać 6 cm^3 roztworu kwasu azotowego i ostrożnie ogrzewać pod wyciągiem, ponieważ wydziela się cyjanowodor. Rozkład rodanku potasowego należy przeprowadzać przez kilkakrotne rozcieńczanie wodą i odparowywanie do małej objętości badanego roztworu, aż do stwierdzenia w nim nieobecności jonu CNS^- . Próbę na nieobecność jonu CNS^- należy wykonać jak w 5.4.3.2. Następnie roztwór ochłodzić i przenieść ilościowo do cylindra pomiarowego pojemności 50 cm^3 , uzupełnić wodą do 40 cm^3 , dodać 1 cm^3 roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 0,5 mg Cl^- , 6 cm^3 roztworu kwasu azotowego i 1 cm^3 roztworu azotanu srebra.

5.4.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy,

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

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.42 i rozcieńczony w stosunku 1 : 9. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, w razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek jakościowy przemyty gorącą wodą. Oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.4.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaga-

niom normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 1 mg SO_4^{2-} i te same ilości odczynników.

5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.4.6.1. Aparatura, odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521.02.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 50 cm^3 wody, doprowadzić roztworem kwasu solnego do pH około 3 (wobec papierka uniwersalnego) i wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04521.02 p. 8.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli absorbancja roztworu badanego nie będzie większa od absorbancji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 0,25 mg Fe^{3+} i te same ilości odczynników.

5.4.7. Oznaczanie zawartości amonu (NH_4^+)

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1N,

b) Odczynnik Nesslera, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 2.2.28,

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony NH_4^+ , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.1 i rozcieńczony w stosunku 1 : 99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NH_4^+ .

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 48 cm^3 wody i dalsze oznaczenie wykonać wg PN-68/C-04525 p. 2.4.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min żółto-brązowe zabarwienie próbki badanej nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 1 mg NH_4^+ i te same ilości odczynników.

5.4.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+})

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Winian potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy,

b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy,

c) Tiocetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy trwały w ciągu 3 dni,

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.36a) i rozcieńczony 0,001N roztworem kwasu octowego w stosunku 1 : 99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. 5,30 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 20 cm³ wody i mieszając dodawać kolejno 0,5 cm³ roztworu wianianu potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego i 1,5 cm³ roztworu tioacetamidu.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 0,25 mg Pb²⁺, 0,30 g badanego rodanku potasowego i te same ilości odczynników.

5.4.9. Oznaczanie zawartości innych związków siarki (S²⁻)

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 25-procentowy,
- b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N,
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony S²⁻, przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.43b i rozcieńczony w stosunku 1 : 99. 1 cm³ rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg S²⁻.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 100 cm³ wody. Pobrać 1 cm³ otrzymanego roztworu, uzupełnić wodą do 25 cm³, dodać 25 cm³ roztworu amoniaku, 3 cm³ roztworu azotanu srebra i gotować na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 10 min.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu wzorcowego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 0,04 mg S²⁻ i te same ilości odczynników.

5.4.10. Ocena wyników badań. Partię rodanku potasowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.1 są zgodne z wymaganiami wg rozdz. 3.

5.4.11. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysyłanego produktu wytwórca obowiązany jest dołączyć zaświadczenie stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON, Łódź.

2. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli
- PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii
- PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów pomocniczych
- PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytkowe

czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR

- PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-77/6414-06 Opakowania z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie bez fałd bocznych zgrzewane
- BN-75/7671-03 Worki tkane z folii poliolefinowych
- Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 DKP (Dz. T. i ZK z 1968 r. nr 4 poz. 10 wraz z późniejszymi zmianami)
- Instrukcja o ładowaniu i wyladowywaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 23 poz. 123)

3. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-62/CZSP/E-12/36.

4. Symbol wg SWW — 1222-293.

5. Autor projektu normy — mgr Barbara Głuszek — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON, Łódź.