

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Odczynniki Rodanek potasowy	6191-170
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest rodanek potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny, otrzymywany w wyniku reakcji wodorotlenku potasowego i rodanku amonowego.

Rodanek potasowy ma:

- a) wzór chemiczny — $KSCN$,
- b) masę cząsteczkową — 97,18,
- c) inną nazwę — tiocyjanian potasowy.

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki rodanku potasowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia rodanku potasowego czystego do analizy:

RODANEK POTASOWY cz.d.a. BN-81/6191-170

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Rodanek potasowy powinien mieć postać bezbarwnych i bezwonnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie, łatwo rozpuszczalnych w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Rodanku potasowego, %, nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Substancji nierozpuszczalnych w alkoholu, %, nie więcej niż	0,02	0,04
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005	0,02
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0005
g) Amonu (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,002	0,005
h) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Substancji utleniających się jodem (w przeliczeniu na S^{2-}), %, nie więcej niż	0,001	0,05

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Rodanek potasowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową lub pergaminową.

Masa opakowań netto: 250, 500, 1000 g.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 300 g.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 24 stycznia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1981 poz. 36)

5.2. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości rodanku potasowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości amonu (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości substancji utleniających się jodem (3.2i).

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych należy wykonać wizualnie.

5.3.2. Oznaczanie zawartości rodanku potasowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Rodanek potasowy cz.d.a., wysuszony do stałej masy w temperaturze 150°C.
- b) Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a., przygotowany wg PN-76/C-06501 p. 2.9.
- c) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- d) 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: 17,00 g azotanu rtęciowego rozpuścić w 1 dm³ wody zawierającej 30 cm³ kwasu azotowego. Roztwór należy przechowywać w butelce ze szkła oranżowego.

Miano roztworu należy ustalić po 24 h.

Praca z roztworem azotanu rtęciowego wymaga zachowania szczególnej ostrożności, gdyż azotan ten jest trującą.

5.3.2.2. Ustalenie normalności roztworu azotanu rtęciowego. 0,3000 g rodanku potasowego wysuszonego wg 5.3.2.1a) 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 (N) 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, %,
 V_1 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania, cm³,
 97,18 — gramorównoważnik rodanku potasowego, g.
- 5.3.2.3. 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.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

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

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 25,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 50°C przez 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 nasyconą roztworem chlorku żelazowego. Nie powinno powstać czerwone zabarwienie. Tygiel z pozostałością suszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 1,25 mg,

dla odczynnika cz. — 2,5 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w alkoholu

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory. Alkohol etylowy rektyfikowany 95-procentowy.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 100 cm³ alkoholu etylowego. Roztwór przesączyć przez uprzednio wymyty i wysuszony do stałej masy tygiel szklany G4.

Pozostałość na tyglu przemyć alkoholem etylowym do zaniku reakcji na jon CNS^- . Próbę na nieobecność jonu CNS^- należy wykonać jak w 5.3.3.2. Tygiel z pozostałością suszyć w temperaturze 90°C do stałej masy.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 1,0 mg,

dla odczynnika cz. — 2,0 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego rodanku potasowego rozpuścić w 25 cm³ wody, dodać 6 cm³ roztworu kwasu azotowego i ostrożnie ogrzewać pod wyciągiem, ponieważ wydziela się cyjanowodor. Rozkład rodanku potasowego należy przeprowadzać przez kilkakrotne rozcieńczanie i odparowywanie do małej objętości badanego roztworu, aż do stwierdze-

nia w nim nieobecności jonu CNS^- . Próbę na nieobecność jonu CNS^- należy wykonać jak w 5.3.3.2. Następnie roztwór ochłodzić, uzupełnić wodą do 40 cm^3 i dodać 1 cm^3 roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli powstałe po 10 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — $0,025 \text{ mg Cl}^-$,

dla odczynnika cz. — $0,1 \text{ mg Cl}^-$,

6 cm^3 roztworu kwasu azotowego i 1 cm^3 roztworu azotanu srebra.

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. $2,50 \text{ g}$ badanego rodanku potasowego rozpuścić w 50 cm^3 wody, w razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek jakościowy przemyty uprzednio gorącą wodą.

20 cm^3 roztworu dla gatunku cz.d.a., a 10 cm^3 roztworu dla gatunku cz. uzupełnić wodą do 25 cm^3 i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.4.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli powstałe po 15 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — $0,05 \text{ mg SO}_4^{2-}$,

dla odczynnika cz. — $0,1 \text{ mg SO}_4^{2-}$

i te same ilości odczynników.

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521.02 p. 4.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Należy przeprowadzić rozkład $5,00 \text{ g}$ badanego rodanku potasowego jak w 5.3.5.2. Następnie roztwór ochłodzić, uzupełnić wodą do 50 cm^3 , doprowadzić kwasem solnym do pH około 3 (wobec papierka uniwersalnego) i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521.02 p. 8.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli absorbancja badanej próbki nie będzie większa od absorbancji roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — $0,005 \text{ mg Fe}^{3+}$,

dla odczynnika cz. — $0,025 \text{ mg Fe}^{3+}$

i te same ilości odczynników.

5.3.8. Oznaczanie zawartości amonu (NH_4^+)

5.3.8.1. 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 $0,01 \text{ mg NH}_4^+$.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. $1,00 \text{ g}$ badanego rodanku potasowego rozpuścić w 48 cm^3 wody i dalsze oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04525 p. 2.4.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli powstałe po 10 min żółtobrazowe zabarwienie badanej próbki nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — $0,02 \text{ mg NH}_4^+$,

dla odczynnika cz. — $0,05 \text{ mg NH}_4^+$

i te same ilości odczynników.

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

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

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

c) Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy, trwały przez 3 dni.

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

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. $5,30 \text{ g}$ badanego rodanku potasowego rozpuścić w 20 cm^3 wody i mieszając dodawać kolejno $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu winianu potasowego, 2 cm^3 roztworu wodorotlenku potasowego i $1,5 \text{ cm}^3$ roztworu tioacetamidu.

Badany rodanek potasowy odpowiada wymaganiom niniejszej normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — $0,025 \text{ mg Pb}^{2+}$,

dla odczynnika cz. — $0,05 \text{ mg Pb}^{2+}$

$0,30 \text{ g}$ badanego rodanku potasowego i te same ilości odczynników.

5.3.10. Oznaczanie zawartości substancji utleniających się jodem (w przeliczeniu na S^{2-})

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Jod cz.d.a., roztwór $0,01\text{N}$ świeżo przygotowany z $0,1\text{N}$ roztworu jodu. $13,0 \text{ g}$ jodu i $35,0 \text{ g}$ jodku potasowego rozpuścić w 50 cm^3 wody. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po 24 h można przygotować roztwór $0,01\text{N}$ poprzez rozcieńczenie w stosunku 1:9.

b) Jodek potasowy cz.d.a.

c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d) Skrobia cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. $4,00 \text{ g}$ badanego rodanku potasowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 1 cm^3 roztworu kwasu siarkowego, $0,5 \text{ g}$ jodku potasowego, wymieszać, dodać $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu skrobi i miareczkować roztworem jodu z mikrobiurety do uzyskania niebieskiego zabarwienia.

Zawartość substancji utleniających się jodem w przeliczeniu na $\text{S}^{2-}(\text{X}_2)$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_3 \cdot 0,00016 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

V_3 — objętość ściśle 0,01N roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m_3 — odważka badanego rodanku potasowego, g,

0,00016 — ilość siarki odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01N roztworu jodu, g.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON w Łodzi.

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-62/CZSP/E-12/28.

3. Normy związane

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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'-dwupirydylu

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 buforowych

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

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

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 4139 Реактивы. Калий роданистый

CSRS ČSN 68 5510 Čisté chemikálie a činidla. Thiokyanatan draselný

LRB БДС 11060-73 Реактивы. Калиев роданид

WRL MSZ 7352-60 Káliumrodanid. Analitikai celokra

NRD TGL 29496 Labor — und Feinchemikalien Kaliumthiocyanat

5. Symbol wg SWW — cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.

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