

WYROBY CHEMICZNE NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-80 6016-04
	Rodanek amonowy techniczny	Zamiast BN-63/6016-04
		Grupa katalogowa 1014

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest rodanek amonowy techniczny otrzymywany w wyniku reakcji dwusiarczku węgla i wody amoniakalnej.

Rodanek amonowy ma:

- wzór chemiczny: NH_4SCN ,
- wzór sumaryczny: $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$,
- masę cząsteczkową: 76,12 (1961 r.),
- inną nazwę: tiocyjanian amonowy.

Rodanek amonowy techniczny stosowany jest w przemyśle chemicznym i włókienniczym.

2. OZNACZENIE

RODANEK AMONOWY TECHNICZNY BN-80/6016-04

3. WYMAGANIA

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

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Rodanku amonowego, %, nie mniej niż	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,05
c) Pozostałości po prażeniu w postaci siarczanków, %, nie więcej niż	0,1
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,05
e) Siarczanków (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,05
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,005
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 amonowy 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/C-79252 w sposób widoczny, umieszczając na każdym worku trwały napis lub cyfrową zawieszającą co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii i datę produkcji,
- masę brutto i netto,
- znak KJ.

Znakowanie partii eksportowych powinno być każdorazowo uzgodnione z odbiorcą.

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 przesuwaniem się i deformacją.

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

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

4.4. Transport. Rodanek amonowy techniczny w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi. W czasie transportu opakowania należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się.

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, zgodnie z obowiązującymi przepisami przewozowymi. Przy przewozie kolejną należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczaniem 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

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości rodanku amonowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości innych związków siarki (3.2h).

5.2. Wielkość partii. Partię rodanku amonowego technicznego stanowi najwyżej 2000 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Próbkę należy pobrać z opakowań wytypowanych losowo, w zależności od liczności opakowań w partii, w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wylosować do pobrania próbek
do 6	3
7÷15	5
16÷25	8
26÷63	10

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbnikiem 14÷16 wg PN-74/C-60003, wprowadzając go do 3/4 głębokości opakowania 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. 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 odbioru 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 amonowego

5.4.2.1. 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: w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ rozpuścić 17,00 g azotanu rtęciowego w wodzie zawierającej 30 cm³ kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu roztwór dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Roztwór należy 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. Ustalanie 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 (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, 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 amonowego 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 amonowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot N \cdot 76,12 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} \quad (2)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania, cm³,

- N — normalność roztworu azotanu rtęciowego,
 m_2 — odważka badanego rodanku amonowego, g,
 76,12 — gramorównoważnik rodanku amonowego, g.

5.4.3. Oznaczanie zawartości substancji nierzpuszczalnych w wodzie

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) 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.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 100 cm³ wody i ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 50°C w ciągu 1 h. Roztwór przesączyć przez uprzednio wytaity i wysuszony do stałej masy tygiel szklany G1. Pozostałość na tyglu przemyć porcjami gorącą wodą do zaniku reakcji na jon CNS^- . W tym celu należy nanieść kroplę przesączu na bibułę nasączoną roztworem chlorku żelazowego. Nie powinno powstać czerwone zabarwienie. Tygiel z pozostałością suszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

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

5.4.4. Oznaczanie pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory. Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83).

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego rodanku amonowego umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu porcelanowym. Zawartość tygla dokładnie zwilżyć 1÷2 cm³ kwasu siarkowego i ostrożnie podgrzewać palnikiem na siatce azbestowej do całkowitego odpędzenia białych dymów kwasu siarkowego. Następnie tygiel wraz z pozostałością wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze 700÷750°C do stałej masy.

Badany rodanek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy 5 mg.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.4.5.1. 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 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg Cl^- .

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego

rodanku amonowego umieścić w zlewce pojemności 100 cm³ i rozpuścić w 25 cm³ wody. Dodać 6 cm³ roztworu kwasu azotowego i ostrożnie ogrzewać pod wyciągiem, ponieważ wydziela się cyjanowodór. Rozkład rodanku amonowego należy przeprowadzać przez kilkakrotne rozcieńczanie i odparowywanie do małej objętości badanego roztworu, aż do stwierdzenia w nim nieobecności jonu CNS^- . Próbę na nieobecność jonu CNS^- wykonać jak w 5.4.3.2. Następnie roztwór ochłodzić i przenieść ilościowo do cylindra pomiarowego pojemności 50 cm³, uzupełnić wodą do 40 cm³, dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany rodanek amonowy 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 0,25 mg Cl^- , 6 cm³ roztworu kwasu azotowego i 1 cm³ roztworu azotanu srebra.

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

5.4.6.1. 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 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 20 cm³ wody, w razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek jakościowy, przemyty uprzednio gorącą wodą. Oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.4.

Badany rodanek amonowy odpowiada wymaganiom 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 0,5 mg SO_4^{2-} i te same ilości odczynników.

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

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

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 50 cm³ wody, doprowadzić roztwór kwasu solnego do pH około 3 (wobec papierka uniwersalnego) i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521.02 p. 8.

Badany rodanek amonowy 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.

5.4.8. 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) Tioacetamid 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 amonowego rozpuścić w 20 cm^3 wody i mieszając dodawać kolejno 0,5 cm^3 roztworu winianu potasowego, 2 cm^3 roztworu wodorotlenku potasowego i 1,5 cm^3 roztworu tioacetamidu.

Badany rodanek amonowy 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 Pb^{2+} , 0,30 g badanego rodanku amonowego i te same ilości odczynników.

5.4.9. Oznaczanie zawartości innych związków siarki (S^{2-})

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 S^{2-} , przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.43b) i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg S^{2-} .

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

Badany rodanek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli barwa roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od barwy roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, w analogiczny sposób, zawierającego w tej samej objętości 0,04 mg S^{2-} i te same ilości odczynników.

5.4.10. Ocena wyników badań. Partię rodanku amonowego 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.

KONIEC

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6016-04

a) zmieniono metodę oznaczania zawartości rodanku amonowego,

b) zmieniono metodę oznaczania metali ciężkich oraz innych związków siarki.

3. 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-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowiejsiowe 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).

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 19522-74 Аммоний роданистый технический

5. Symbol wg SWW — 1221-127.

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