

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Odczynniki Rodanek amonowy	6191-98
		Zamiast BN-71/6191-98
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest rodanek amonowy, odczynnik otrzymywany w wyniku reakcji dwusiarczku węgla i wody amoniakalnej.

Rodanek amonowy ma:

- a) wzór chemiczny: NH_4SCN ,
- b) wzór sumaryczny: $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$,
- c) masę cząsteczkową: 76,12,
- d) inną nazwę, tiocyjanian amonowy.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Rodanek amonowy stosowany jest jako odczynnik chemiczny oraz jako produkt w przemyśle farmaceutycznym i w fotografii.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki rodanku amonowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia rodanku amonowego chemicznie czystego:

RODANEK AMONOWY ch.cz. BN-79/6191-98

3. WYMAGANIA

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

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Rodanku amonowego, %, nie więcej niż	99,0	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,005	0,01
c) Pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów, %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,05
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,02
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,02
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0001	0,0005
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,001
h) Substancji utleniających się jodem (w przeliczeniu na S^{2-}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Rodanek amonowy 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.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA
dnia 27 lutego 1979 r..
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1979 poz. 60)

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.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości rodanku amonowego

5.2.1.1. 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.

5.2.1.2. Ustalenie normalności roztworu azotanu rtęciowego. 0,3000 g rodanku potasowego wysuszonego wg 5.2.1a) 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.

5.2.1.3. 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.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 50 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 04. Pozostałość na tyglu przemyć porcjami gorącą wodą do zaniku reakcji na jon CNS^- i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

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

dla odczynnika ch.cz. — 1,25 mg,

dla odczynnika cz.d.a. — 1,25 mg,

dla odczynnika cz. — 2,5 mg.

5.2.3. Oznaczanie pozostałości po prażeniu w postaci siarczanów

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-76/C-04958 p. 2.4.1.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanego rodanku amonowego umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu porcelanowym. Zawartość tygla dokładnie zwilżyć 1÷2 cm³ kwasu siarkowego i wykonać oznaczanie wg PN-76/C-04958 p. 2.4.2.

Badany rodanek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika ch.cz. — 1 mg,

dla odczynnika cz.d.a. — 2 mg,

dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

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

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 25 cm³ wody, dodać 6 cm³ roztworu kwasu azotowego i ostrożnie ogrzewać pod wyciągiem, ponieważ wydziela się cyjanowódór. Rozkład rodanku amonowego należy przeprowadzić przez kilkakrotne rozcieńczanie i odparowywanie do małej objętości badanego roztworu, aż do stwierdzenia nieobecności w nim jonu CNS^- . Następnie roztwór ochłodzić, 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 badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Cl^- ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Cl^- ,
 dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- ,
 6 cm³ roztworu kwasu azotowego i 1 cm³ roztworu azotanu srebra.

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

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 50 cm³ wody, w razie potrzeby roztwór przesączyć przez sączek jakościowy przemyty uprzednio gorącą wodą. 20 cm³ roztworu dla gatunków ch.cz. i cz.d.a., a 10 cm³ roztworu dla gatunku cz. uzupełnić wodą do 25 cm³ i wykonać oznaczanie 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 i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,020 mg SO_4^{2-} ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,
 dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,
 i te same ilości odczynników.

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

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

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 50 cm³ wody, doprowadzić kwasem solnym do pH około 3 (wobec papierka uniwersalnego) i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

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

dla odczynnika ch.cz. — 0,005 mg Fe^{3+} ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+} ,
 dla odczynnika cz. — 0,025 mg Fe^{3+} ,
 i te same ilości odczynników.

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

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Winian potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Tioacetamid cz.d.a., roztwór 2-procentowy, trwały w ciągu 3 dni.
- 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 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 5,30 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 20 cm³ wody i mieszając dodawać kolejno 0,5 cm³ roztworu winianu potasowego, 2 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego i 1,5 cm³ 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 i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. — 0,01 mg Pb^{+2} ,
 dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb^{+2} ,
 dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{+2} ,
 0,30 g badanego rodanku amonowego i te same ilości odczynników.

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

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Jod cz.d.a., roztwór 0,01N świeżo przygotowany z 0,1N roztworu jodu. 13,0 g jodu i 35,0 g jodku potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po 24 h można przygotowywać roztwór 0,01N przez 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.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego rodanku amonowego rozpuścić w 20 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego, 0,5 g jodku potasowego, wymieszać, dodać 0,5 cm³ roztworu skrobi i miareczkować roztworem jodu z mikrobiurety do uzyskania niebieskiego zabarwienia.

Zawartość substancji utleniających się jodem w przeliczeniu na S^{2-} (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, cm³,

m_3 — odważka badanego rodanku amonowego, g,

0,00016 — ilość siarki odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,01N roztworu jodu, g.

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6191-98

- a) Zmieniono metodę oznaczania zawartości rodanku amonowego,
- b) zmieniono metodę oznaczania zawartości żelaza,
- c) wyeliminowano oznaczania rozpuszczalności w alkoholu.

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-dwupirydyli

PN-76/C-04958 Odczynniki. Oznaczanie pozostałości po prażeniu

PN-68/06500 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-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

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

4. Normy międzynarodowe i normy zagraniczne

RWPG CT 222-75 Реактивы. Аммоний роданистый

LRB BDC 8797-71 Реактиви. Амониев роданид

CSRS ČSN 68 6620 Čisté chemikálie a činidla. Rhodanid amonný

5. Symbol wg SWW

ch.cz. 1331—435,

cz.d.a. 1331—11,

cz. 1331—425.