

ŚRODKI POMOCNICZE DO POWLEKANIA METALI	NORMA BRANŻOWA	
	<b>Bezwodnik kwasu chromowego do celów galwanotechnicznych</b>	
	BN - 76 6068-11 <i>ob</i>	
	Zamiast BN-68/6068-11	
Grupa katalogowa X 12		

**1. WSTĘP**

Przedmiotem normy jest bezwodnik kwasu chromowego przeznaczony do celów galwanotechnicznych. Bezwodnik kwasu chromowego ma:

- a) wzór chemiczny  $\text{CrO}_3$ ,
- b) ciężar cząsteczkowy 99,9942.

Bezwodnik kwasu chromowego jest środkiem szkodliwym o własnościach utleniających.

**2. OZNACZENIE**

BEZWODNIK KWASU CHROMOWEGO GALWAN.  
BN-76/6068-11

**3. WYMAGANIA**

**3.1. Wymagania ogólne.** Bezwodnik kwasu chromowego do celów galwanotechnicznych powinien mieć postać płatków, kawałków lub grudek wielkości nie większej niż 15 mm, barwy ciemnoczerwonej bez widocznych zanieczyszczeń.

**3.2. Wymagania chemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Składnik	Zawartość
a) Bezwodnika kwasu chromowego $\text{CrO}_3$ , %, nie mniej niż	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,3
c) Siarczanów, w przeliczeniu na $\text{SO}_4^{2-}$ %, nie więcej niż	0,4
d) Metali strąconych węglanem sodowym, %, nie więcej niż	0,1
e) Chlorków, w przeliczeniu na $\text{Cl}^-$ %, nie więcej niż	0,005

**4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE  
I TRANSPORT**

**4.1. Pakowanie.** Bezwodnik kwasu chromowego do celów galwanotechnicznych należy pakować w sposób zapewniający paroszczelność i zachowanie wymaganej czystości produktu.

Opakowanie powinno być dostosowane do szybkiego, łatwego i wielokrotnego otwierania.

Opakowanie szklane dopuszcza się do 5 kg masy produktu.

Opakowanie transportowe powinno dodatkowo zapewniać trwałość w czasie transportu.

Na każdym opakowaniu należy umieścić w sposób trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii,
- d) masę netto,
- e) znak niebezpieczeństwa wg PN-67/O-79252,  
p. 2.3.4,
- f) napis ostrzegawczy „Ostrożnie - środek szkodliwy” wykonany czerwonymi literami na białym tle,
- g) napis „Chronić przed wilgocią”.

**4.2. Przechowywanie.** Bezwodnik kwasu chromowego do celów galwanotechnicznych należy przechowywać w pomieszczeniach suchych w taki sposób, aby uniemożliwić zmieszanie się produktu z substancjami łatwo utleniającymi się i palnymi w razie przypadkowego uszkodzenia opakowania.

Ilości do 5 kg mogą być przechowywane w pomieszczeniach laboratoryjnych.

**4.3. Transport** bezwodnika kwasu chromowego do celów galwanotechnicznych w ilości ponad

Zgłoszona przez Instytut Mechaniki Precyzyjnej

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Urządzeń Technologicznych TECHMA dnia 18 czerwca 1976 r.

jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 stycznia 1977 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 19/1976, poz. 68)

10 kg nie należy transportować tym samym pojazdem co materiały wybuchowe, samozapalne i łatwopalne.

## 5. BADANIA

**5.1. Rodzaje badań.** Badania obejmują:

- sprawdzenie postaci, barwy i nieobecności obcych wtrąceń (3.1),
- oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu chromowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2c),
- oznaczanie zawartości metali strączanych węglanem sodowym (3.2d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2e).

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady według PN-67/C-04500. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy pobrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy pobrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	10
ponad 160	16, jednak nie mniej niż 5%

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać 2 próbki pierwotne próbnikiem 15 lub 16 według PN-74/C-60008, zagłębiając go co najmniej do  $\frac{3}{4}$  głębokości warstwy licząc od góry.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 250 g należy przygotować według PN-67/C-04500.

Pobraną próbkę należy szybko sproszkować w młynku porcelanowym, dobrze wymieszać i umieścić w szczelnie zamkniętym naczyniu szklanym, z którego będą pobierane próbki do poszczególnych oznaczeń.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Sprawdzenie postaci, barwy i nieobecności obcych wtrąceń** wykonuje się przed i po roz-

drobnieniu próbki nieuzbrojonym okiem w oświetleniu dziennym.

### 5.3.2. Oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu chromowego

#### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz. wolny od jodanów, roztwór 10-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a. (1,18), rozcieńczony wodą w stosunku 1+1.
- Skrobia rozpuszczalna cz., roztwór 1-procentowy. Roztwór przygotowujemy nie rzadziej niż 1 raz na 3 dni.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczenia.** 3 g badanego bezwodnika kwasu chromowego, odważonego z dokładnością do 0,002 g, rozpuścić w wodzie, przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 25 cm<sup>3</sup> tego roztworu pobrać pipetą i przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup> z doszlifowanym korkiem, dodać 200 cm<sup>3</sup> wody, 10 cm<sup>3</sup> roztworu jodku potasowego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego. Kolbę natychmiast zamknąć korkiem, zawartość wymieszać i pozostawić w ciemnym miejscu na okres 10÷15 min. Następnie wydzielony jod miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do zmiany barwy na jasnozieloną, dodając w końcu miareczkowania 2 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi.

**5.3.2.3. Obliczanie.** Zawartość bezwodnika kwasu chromowego CrO<sub>3</sub> w procentach ( $X_1$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00333 \cdot 1000 \cdot 100}{m_1 \cdot 25} = \frac{13,32 \cdot V}{m_1}$$

w którym:

- $V$  — objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- $m_1$  — odważka badanego bezwodnika kwasu chromowego, g,
- 0,00333 — ilość bezwodnika kwasu chromowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

**5.3.2.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 0,2.

### 5.3.3. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie

**5.3.3.1. Wykazanie oznaczenia.** Do 10 g rozdrobnionego badanego bezwodnika kwasu chromowego odważonego z dokładnością do 0,002 g dodać

około 200 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, ogrzać do temperatury około 80°C i utrzymywać w tej temperaturze przez 20 min, mieszając zawartość zlewki pręcikiem szklanym.

Nie rozpuszczoną pozostałość odsączyć przez szklany tygiel z dnem porowatym o gęstości 4, uprzednio wysuszony w temperaturze 105°C do stałej masy. Osad w tyglu przemywać gorącą wodą destylowaną do zaniku zabarwienia przesączu i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy. Przed ważeniem ostudzić w eksykatorze.

Przesącz zebrać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i pozostawić do oznaczania zawartości siarczanów.

**5.3.3.2. Obliczanie.** Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie w procentach ( $X_2$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

$m_2$  — masa osadu w tyglu, g,

$m_3$  — odważka badanego bezwodnika kwasu chromowego, g.

**5.3.3.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10%.

**5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów** wykonuje się wg PN-70/C-84121 p. 5.4.3.1 i 5.4.3.2.

**5.3.4.1. Obliczanie.** Zawartość siarczanów w przeliczeniu na SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> w procentach ( $X_3$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_4 \cdot 0,4115 \cdot 500 \cdot 100}{m_5 \cdot 100} = \frac{m_4 \cdot 205,75}{m_5}$$

w którym:

$m$  — masa osadu w tyglu, g,

$m_5$  — odważka badanego bezwodnika kwasu chromowego, g,

0,4115 — współczynnik do przeliczenia BaSO<sub>4</sub> na SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

**5.3.4.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5%.

**5.3.5. Oznaczanie zawartości metali strąconych roztworem węgla sodowego** wykonuje się wg PN-70/C-84121 p. 5.4.4.1 i 5.4.4.2

**5.3.5.1. Obliczanie.** Zawartość metali strąconych węglanem sodowym w procentach ( $X_4$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_6 \cdot 100}{m_7}$$

w którym:

$m_6$  — masa osadu w tyglu, g,

$m_7$  — odważka badanego bezwodnika kwasu chromowego, g.

**5.3.5.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości chlorków**

**5.3.6.1. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84), rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 2,

b) Azotan srebrny AsNO<sub>3</sub> cz.d.a, roztwór 0,1 N,

c) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4), rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 1,

d) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84), rozcieńczony wodą w stosunku 1+2,

e) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 10-procentowy,

f) Roztwór wzorcowy chlorków przygotowany według PN-68/C-06500 p. 3.2.1.13 i rozcieńczony wodą w stosunku 1 + 9. 1 cm<sup>3</sup> roztworu zawiera 0,1 mg chlorków.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 16 g badanego bezwodnika kwasu chromowego z dokładnością do 0,001 g, umieścić w kolbie pomiarowej o pojemności 100 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Odmierzyć pipetą 25 cm<sup>3</sup> tego roztworu do cylindra Nesslera o pojemności 100 cm<sup>3</sup> i dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego. Następnie dodawać powoli 5 cm<sup>3</sup> nadtlenu wodoru, dopełnić wodą do 50 cm<sup>3</sup> i dodać 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego oraz 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebrowego. Dokładnie wymieszać.

Powstałe zmętnienie porównać ze zmętnieniem powstałym w równocześnie sporządzonym roztworze porównawczym.

Roztwór porównawczy przygotowuje się przez rozpuszczenie 18,6 g siarczanu chromowego w około 60 cm<sup>3</sup> wody, dodanie 10 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego i 0,5 g stałego azotanu srebrowego. Roztwór należy dobrze wymieszać, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i ponownie dobrze wymieszać. Roztwór pozostawić na 20 godz w ciemnym miejscu.

Następnie przesączyć przez twardy sącdek i do cylindra Nesslera pobrać 50 cm<sup>3</sup> przesącza. Dodać 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i 2 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu chlorków.

Azotan srebrowy do próbki badanej i wzorcowy roztwór chlorków do roztworu porównawczego należy dodawać jednocześnie. Zmętnienie porównywać po upływie 15 min od chwili dodania odczynników, patrząc z boku, na ciemnym tle.

**5.3.6.3. Wynik.** Badany bezwodnik kwasu chromowego nie zawiera więcej chlorków niż dopusz-

czono, jeżeli powstałe zmętnienie w badanym roztworze jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego.

**5.4. Ocena wyników badań.** Badany bezwodnik kwasu chromowego do celów galwanotechnicznych odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wyniki wszystkich badań są zgodne z treścią rozdz. 3.

**5.5. Zaświadczenie o wynikach badań.** Producent obowiązany jest przedstawić zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie.

#### **2. Istotne zmiany w stosunku do BN-68/6068-11**

a) zmieniono wymagania w zakresie opakowania, przechowywania i transportu bezwodnika kwasu chromowego dla celów galwanotechnicznych,

b) sprecyzowano wymagania — dla uzyskania zgodności z normą potrzebna jest zgodność wyników wszystkich badań,

c) dodano wymagania dotyczące zaświadczenia producenta o zgodności produktu z normą.

#### **3. Normy związane**

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

PN-70/C-84121 Bezwodnik chromowy topiony techniczny

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

#### **4. Dokumenty związane z normą**

Rozporządzenie Min. Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28.12.1963 r. w sprawie orzeczenia substancji trujących (Dz. U. 1964 r., nr 2, poz. 8).

Rozporządzenie Min. Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28.12.1963 r. w sprawie wykazu trucizn i środków szkodliwych (Dz. U. 1964 r., nr 2, poz. 9).

Karta informacyjna „Substancje niebezpieczne” dział 4, temat 27, karta tematyczna 1 „Bezwodnik kwasu chromowego” (Wyd. — Instytut Wydawniczy CRZZ — Warszawa, czerwiec 1974).

#### **5. Normy zagraniczne**

Indie IS 330-1968 Specification for chromium trioxide  
NRD TGL 8592 Grundchemikalien. Chrom (VI)-oxid technisch

Rumunia STAS 4116-64 Anhidrida cromoca tehnica

ZSRR ГОСТ 2548-69 Ангидрид хромовой механический

**6. Autorzy projektu normy** — dr inż. Stanisław Bagdach, doc. dr Jan Socha, mgr Irena Zagrodzka — Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa.