

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Odczynniki Chromian sodowy	6191-167
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chromian sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chromian sodowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 234,031.

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 chromianu sodowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia chromianu sodowego czystego do analizy:

CHROMIAN SODOWY cz.d.a. BN-79/6191-167

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chromian sodowy powinien mieć postać kryształów barwy żółtej, łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chromian sodowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 w workach polietylenowych zgrzewanych lub wiązanych, dodatkowo zabezpieczonych przez umieszczenie ich w bębnych metalowych lub hobokach. Masa netto powinna wynosić 50 kg.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Chromianu sodowego $\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, %o, nie mniej niż	97,0	95
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %o, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Wolnych alkaliów w przeliczeniu na OH^- , %o, nie więcej niż	0,03	0,06
d) Siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} , %o, nie więcej niż	0,025	0,05
e) Chlorków w przeliczeniu na Cl^- , %o, nie więcej niż	0,003	0,006
f) Substancji strącających się amoniakiem (Al, Fe, Cr i inne), %o, nie więcej niż	0,01	0,025
g) Wapnia w przeliczeniu na Ca^{2+} , %o, nie więcej niż	0,005	0,01

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeśli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowanie i ma wymiary zgodne z systemem wymiarowym opakowań wg PN-64/O-79021.

5. BADANIA**5.1. Rodzaje badań**

- a) oznaczanie zawartości chromianu sodowego (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości wolnych alkaliów (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości substancji strącających się amoniakiem (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości wapnia (3.2g).

Zgłoszona przez Zakłady Chemiczne ALWERNIA w Alwerni
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 20 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1980 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1979, poz. 69)

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii 1000 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej 400 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
powyżej 160	15

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości chromianu sodowego ($\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.
- Skrobia cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N (mol/dm^3).

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanego chromianu sodowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 200 cm^3 , dopełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać. Pobrać pipetą 20 cm^3 otrzymanego roztworu do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem, pojemności 500 cm^3 , dodać 2 g jodku potasowego, 10 cm^3 kwasu siarkowego i pozostawić w ciemnym miejscu.

Po upływie 10 min dodać do kolby około 250 cm^3 wody i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do zielonego zabarwienia, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi (równocześnie wykonać próbę kontrolną, której wynik należy uwzględnić przy obliczeniach).

Zawartość chromianu sodowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,007801 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 20} = \frac{(V - V_1) \cdot 7,802}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1N (mol/dm^3) roz-

tworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm^3 ,

V_1 — objętość ściśle 0,1N (mol/dm^3) roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania próby kontrolnej, cm^3 ,

m — odważka badanego chromianu sodowego, g,

0,007801 — ilość $\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,1N (mol/dm^3) roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór do sprawdzania obecności jonu chromianowego, przygotowany w następujący sposób: 0,25 g dwufenylokarbazydu cz. rozpuścić w 50 cm^3 alkoholu etylowego 96-procentowego z dodatkiem 5 cm^3 kwasu octowego lodowatego cz.d.a.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 50,00 g badanego chromianu sodowego rozpuścić w 200 cm^3 gorącej wody. Roztwór przesączyć przez szklany tygiel do sączenia G4, wysuszony uprzednio do stałej masy. Pozostałość w tyglu przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chromianowy (próba z alkoholowym roztworem dwufenylokarbazydu w środowisku kwaśnym), a następnie suszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany chromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli masa suchej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości wolnych alkaliów (OH^-)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,01N (mol/dm^3).
- Fenoloftaleina cz., roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g chromianu sodowego rozpuścić w wodzie, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą do kreski. Do dwóch kolb stożkowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć po 40 cm^3 badanego roztworu. Do pierwszej kolby dodać 2 krople fenoloftaleiny i dodawać roztworu kwasu solnego do uzyskania takiego samego zabarwienia, jak w kolbie drugiej i jeszcze jako nadmiar połowę dodanej ilości kwasu. Następnie do drugiej kolby dodać 1 cm^3 roztworu fenoloftaleiny i dodawać roztworu kwasu solnego, aż do uzyskania zabarwienia identycznego jak w kolbie pierwszej.

Badany chromian sodowy odpowiada wymaga-

niom normy, jeśli do oznaczania badanego roztworu w kolbie drugiej zużyto nie więcej niż:

dla odczynnika cz.d.a. — 3,5 cm³ roztworu kwasu solnego,

dla odczynnika cz. — 7,0 cm³ roztworu kwasu solnego.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N (mol/dm³).

c) Roztwór wzorcowy chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą 10+990 (1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl⁻).

d) Roztwór wzorcowy chromianu sodowego, nie zawierający Cl⁻, przygotowany w następujący sposób: 10,00 g badanego chromianu sodowego rozpuścić w 70 cm³ wody o temperaturze 50°C, dodać 25 cm³ kwasu azotowego, 5 cm³ roztworu azotanu srebra i pozostawić na 48 h. Do przygotowania roztworu porównawczego wziąć 20 cm³ przezroczystej cieczy po odstaniu.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,00 g chromianu sodowego i rozpuścić w 30 cm³ wody. Otrzymany roztwór przesączyć przez uprzednio przemyty gorącą wodą sączek. Do roztworu dodać 2 cm³ kwasu azotowego, ogrzać do temperatury 50°C, dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebra i dobrze wymieszać. Badany chromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe zmętnienie badanego roztworu po 10 min jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości i w takim samym naczyniu 20 cm³ roztworu dwuchromianu sodowego nie zawierającego chlorków, oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,12 mg Cl⁻.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

d) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

e) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1N (mol/dm³).

f) Roztwór do przemywania (1 cm³ kwasu solnego o gęstości 1,19 w 100 cm³ wody).

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 10,00 g chromianu sodowego rozpuścić na gorąco w 100 cm³ wody. Roztwór zakwasić 25 cm³ kwasu octowego i 1 cm³ kwasu solnego i ostrożnie, pod szkiełkiem dodawać 20 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy. Po zakończeniu burzliwej reakcji, roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu

15 min, aż do zajścia całkowitej redukcji, na co wskazuje zmiana zabarwienia roztworu na czysto zieloną.

Następnie do wrzącego roztworu dodawać kroplami 10 cm³ gorącego roztworu chlorku barowego i pozostawić w ciepłym miejscu na 18÷20 h, a następnie odsączyć wydzielony osad przez twardy ilościowy sączek. Osad na sączku przemyć kilkakrotnie roztworem kwasu solnego (1+99), a następnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z roztworem azotanu srebra).

Sączek wraz z osadem, który po przemyciu powinien być biały przenieść do tygla porcelanowego uprzednio wyprażonego w temperaturze 800÷900°C do stałej masy, wysuszyć, ostrożnie spalić, a następnie wyprażyć w temperaturze 800÷900°C do stałej masy.

Badany chromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli masa wyprażonego osadu nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 6,0 mg,

dla odczynnika cz. — 12,0 mg.

5.3.6. Oznaczanie zawartości substancji strącających się amoniakiem

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór nasycony i roztwór 2-procentowy.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy, nie zawierający dwutlenku węgla.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chromianu sodowego rozpuścić w 40 cm³ wody w zlewce pojemności 100 cm³.

Otrzymany roztwór przesączyć, do przesączu dodać 5 cm³ nasyconego roztworu chlorku amonowego, a po ogrzaniu do wrzenia dodać 5 cm³ amoniaku. Roztwór pozostawić na 18÷20 h, wytrącony osad odsączyć na bezpopiołowym sączku, przesącz zachować do oznaczania wapnia, a osad przemywać 2-procentowym roztworem chlorku amonowego, zubożonym amoniakiem wobec czerwieni metylowej, a następnie wodą destylowaną i wyprażyć do stałej masy.

Badany chromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli masa wyprażonego osadu nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg,

dla odczynnika cz. — 2,5 mg.

5.3.7. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca²⁺)

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Szczawian amonowy cz.d.a., roztwór nasycony w temperaturze 20°C.

c) Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 i rozcieńczony 10+90 (1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg Ca²⁺).

d) Roztwór wzorcowy chromianu sodowego nie zawierający substancji strąconych amoniakiem i wapnia (Ca^{2+}), przygotowany w następujący sposób: 10,00 g badanego chromianu sodowego rozpuścić w 90 cm^3 wody, dodać 6 cm^3 amoniaku i 4 cm^3 roztworu szczawianu amonowego.

Mieszaninę ogrzać do wrzenia i po upływie 18÷20 h przesączyć.

Do „przygotowania roztworu porównawczego wziąć 50 cm^3 otrzymanego przesącza.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Otrzymany przesącz wg 5.3.6.2 przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą do kreski. Pobrać 50 cm^3 tego roztworu, dodać 2 cm^3 roztworu szczawianu amonowego i 2 cm^3 roztworu

amoniaku i mieszaninę ogrzać do wrzenia. Powstałe zmętnienie porównać ze zmętnieniem otrzymanym w równocześnie sporządzonym roztworze porównawczym, zawierającym w tej samej objętości 50 cm^3 roztworu chromianu sodowego nie zawierającego substancji strąconych amoniakiem i wapnia, 2 cm^3 szczawianu amonowego, 2 cm^3 roztworu amoniaku oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,25 mg Ca^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,5 mg Ca^{2+} .

Intensywność zmętnienia roztworu badanego i porównawczego porównać po upływie 1 h na ciemnym tle. Badany chromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeśli zmętnienie roztworu badanego jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ALWERNIA w Alwerni.

2. Normy związane

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

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

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

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

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

3. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

4. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-55/MPChem/05-386.