

wycof 1.12.89  
6/89 poz 14  
ob. 89/6191-66

6027

UKD 546.766.39-85:543-4

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	Odczynniki	6191-66
	Dwuchromian amonowy	Zamiast RN-60/MPCh-1694
		Grupa katalogowa X 51

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest dwuchromian amonowy, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Dwuchromian amonowy ma:

- wzór chemiczny -  $(\text{NH}_4)_2 \text{Cr}_2\text{O}_7$ ,
- ciężar cząsteczkowy - 252,10 (1959 r.).

**1.2. Gatunki.** W zależności od zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki dwuchromianu amonowego, oznaczone:

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

**1.3. Przykład oznaczenia dwuchromianu amonowego cz.d.a.:**

DWUCHROMIAN AMONOWY cz.d.a. BN-66/6191-66

## 1.4. Normy związane

- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną w produktach chemicznych
- PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów metodą turbidymetryczną w produktach chemicznych
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe, stosowane w analizie odczynników nieorganicznych
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

## 2. WYMAGANIA

**2.1. Wymagania ogólne.** Dwuchromian amonowy powinien mieć postać pomarańczowoczerwonych kryształów rozpuszczalnych w wodzie.

Odczyn wodnego roztworu dwuchromianu amonowego powinien być kwaśny wobec lakmusu.

Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 3 września 1966 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1967 r.  
(Mon. Pol. nr                      poz.                      )

**2.2. Wymagania szczegółowe**

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 4.2.1	
b) Dwuchromianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , %, co najmniej	99,6	99,0
c) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01
d) Chlorków $(\text{Cl}^-)$ , %, najwyżej	0,001	0,005
e) Siarczanów $(\text{SO}_4^{2-})$ , %, najwyżej	0,005	0,05
f) Metali alkalicznych (w postaci siarczanów), %, najwyżej	0,2	0,4
g) Wapnia, %, najwyżej	0,005	0,02
h) Substancji strącających się amoniakiem $(\text{Fe}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Al}^{3+})$ jako tlenki, %, najwyżej	0,005	0,01

**3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE**

Dwuchromian amonowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego. Masa netto:

gatunek cz.d.a. - 50, 100, 200, 500 g i 1 kg,

gatunek cz. - 500 g, 1, 2 i 5 kg.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

**4. BADANIA**

**4.1. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 200 g.

**4.2. Rodzaje i wykonanie badań**

**4.2.1. Sprawdzanie tożsamości.** 0,5 g badanego dwuchromianu amonowego rozpuścić w 10 ml wody i postępować następująco:

a) do 2 ml otrzymanego roztworu dodać 1 ml roztworu kwasu solnego (1,12) i ogrzewać; po dodaniu do gorącego roztworu kilku kropli alkoholu etylowego roztwór zabarwia się na zielono;

b) do kilku mililitrów roztworu dwuchromianu amonowego dodać 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i ogrzać; wydziela się amoniak, który zabarwia czerwony papierek lakmusowy na niebiesko.

**4.2.2. Oznaczanie zawartości dwuchromianu amonowego  $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$** **4.2.2.1. Odczynniki i roztwory**

a) Jodek potasowy cz.d.a. wolny od jodańców.

b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).

c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

d) Skrobia - wskaźnik, roztwór 0,5-procentowy świeżo przygotowany.

**4.2.2.2. Wykonanie oznaczania.** 1,8 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać. 25 ml otrzymanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 500 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 2 g jodku potasowego, 20 ml roztworu kwasu siarkowego, zamknąć kolbę i pozostawić w ciemnym miejscu. Po 10 min rozcieńczyć 250 ml wody i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi do ukazania się zielonego zabarwienia.

Zawartość dwuchromianu amonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0042017 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot m} = \frac{4,2017 \cdot V}{m}$$

w którym:

V - ilość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka badanego dwuchromianu amonowego, g,

0,0042017 - ilość dwuchromianu amonowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

Należy wykonać co najmniej 2 oznaczenia. Różnica pomiędzy poszczególnymi oznaczeniami nie powinna przekroczyć 0,3%.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 300 ml gorącej wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

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

dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,

dla odczynnika cz. - 5,0 mg.

#### 4.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

##### 4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Cl}^-$ , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 ÷ 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Cl}^-$ .

d) Dwuchromian amonowy nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 10 g dwuchromianu amonowego cz.d.a. rozpuścić w 45 ml wody, dodać 50 ml roztworu kwasu azotowego, 5 ml roztworu azotanu srebra i pozostawić na 16 ÷ 18 godz, po czym odsączyć. Do przygotowania roztworów wzorcowych pobierać 20 ml przesączu.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczenia. 2 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 10 ml roztworu kwasu azotowego i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04518.

Badany dwuchromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 20 ml roztworu dwuchromianu amonowego nie zawierającego chlorków oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg  $\text{Cl}^-$ ,

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

#### 4.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

##### 4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,11).

b) Alkohol etylowy rektyfikowany.

c) Amoniak cz.d.a. (0,91).

d) Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

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

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{SO}_4^{2-}$ , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 ÷ 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

**4.2.5.2. Wykonanie oznaczania.** 5 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody, dodać 25 ml roztworu kwasu solnego, 25 ml alkoholu etylowego i ogrzewać przez 1 godz pod chłodnicą zwrotną. Następnie przenieść do zlewki pojemności 800 ml, usunąć przez gotowanie nadmiar alkoholu i wytworzonego aldehydu, rozcieńczyć gorącą wodą do objętości około 500 ml i dodać 50 ml roztworu amoniaku. Zagotować, po oziębieniu rozcieńczyć wodą do objętości 600 ml i przesączyć.

Przesącz zachować do oznaczania metali alkalicznych wg 4.2.6 i wapnia wg 4.2.7.

Do 120 ml przesączu dla odczynnika cz.d.a. i 60 ml dla odczynnika cz. dodać 0,5 g bezwodnego węglanu sodowego, odparować na łaźni wodnej do sucha i ogrzewać do odpędzenia soli amonowych. Pozostałość rozpuścić w 20 ml wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego, po czym wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04519.

Badany dwuchromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w tych samych warunkach i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

dla odczynnika cz. - 0,25 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

**4.2.6. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych (jako  $\text{SO}_4^{2-}$ ).** Do 120 ml przesączu wg 4.2.5 dodać 0,5 g węglanu amonowego cz.d.a. i odparować w parownicy porcelanowej do małej objętości, po czym przesączyć do uprzednio wyprażonego i zważonego tygla porcelanowego, dodać 0,5 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84), odparować do sucha i wyprażyć do stałej masy.

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

dla odczynnika cz.d.a. - 2 mg,

dla odczynnika cz. - 4 mg.

#### 4.2.7. Oznaczanie zawartości wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ )

##### 4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Szczawian amonowy cz.d.a., roztwór nasyceny.
- Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Ca}^{2+}$ , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku  $10 \div 990$ . 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $\text{Ca}^{2+}$ .

**4.2.7.2. Wykonanie oznaczania.** 120 ml przesączu odparować na łaźni wodnej do objętości 10 ml, dodać 2,5 ml roztworu amoniaku, 2,5 ml roztworu szczawianu amonowego, zagotować i szybko ostudzić.

Badany dwuchromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 1 godz zmętnienie roztworu badanego nie będzie silniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg  $\text{Ca}^{2+}$ ,

dla odczynnika cz. - 0,2 mg  $\text{Ca}^{2+}$ .

#### 4.2.8. Oznaczanie zawartości substancji strącających się amoniakiem (jako tlenki)

##### 4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy, nie zawierający dwutlenku węgla, przygotowany wg PN/C-06501.

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego dwuchromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody, dodać 15 ml amoniaku, ogrzać do wrzenia i pozostawić na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min przykrywając zlewkę z roztworem szkiełkiem zegarkowym i zwracając uwagę, aby odczyn był stale zasadowy. Wydzielony osad przesączyć przez bezpopiołowy sączek. Przed sączeniem należy roztwór doprowadzić przez odparowanie lub rozcieńczenie do objętości 100 ml. Otrzymaną pozostałość na sączku przemyć 100 ml gorącej wody, sączek z osadem wysuszyć, spalić i wyprażyć do stałej masy w temperaturze 700°C.

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

dla odczynnika cz.d.a. - 0,5 mg,

dla odczynnika cz. - 1,0 mg.

K O N I E C