

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Chromian sodowy techniczny	6016-20
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chromian sodowy techniczny krystaliczny otrzymywany z rudy chromowej przez utlenienie.

Chromian sodowy techniczny ma:

- wzór chemiczny $\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
- masę cząsteczkową: 234,056.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Chromian sodowy techniczny krystaliczny ma zastosowanie w przemyśle chemicznym jako środek utleniający, w przemyśle barwnikarskim, w przemyśle fotograficznym, w przemyśle chłodniczym jako środek przeciwdziałający korozji oraz w innych przemysłach.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chromianu sodowego oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia chromianu sodowego technicznego I gatunku:

CHROMIAN SODOWY TECHNICZNY I BN-76/6016-20

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chromian sodowy krystaliczny powinien mieć postać większych lub mniejszych kryształów barwy żółtej, łatwo rozpuszczalnych w wodzie. Dopuszcza się kryształy o częściowym zmatowieniu.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Bezwodnika kwasu chromowego CrO_3 , %, nie mniej niż	41	41
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,1	0,2
c) Siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} , %, nie więcej niż	0,5	nie normalizuje się
d) Chlorków w przeliczeniu na Cl^- , %, nie więcej niż	0,5	0,8
e) Żelaza w przeliczeniu na Fe_2O_3 , %, nie więcej niż ¹⁾	0,05	0,1

¹⁾ Oznaczanie wykonuje się na żądanie odbiorcy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Chromian sodowy techniczny krystaliczny należy pakować do szczelnych bębnow metalowych o zawartości 100 kg zgodnie z BN-69/5046-02 lub do worków polietylenowych zgrzewanych o zawartości 50 kg zgodnie z BN-70/6414-06.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania o wymiarach zgodnych z PN-64/O-79021, gwarantujący odpowiednią jakość produktu oraz bezpieczeństwo składowania i transportu.

Na każdym opakowaniu powinien znajdować się trwały napis zawierający co najmniej:

Zgłoszona przez Zakłady Chemiczne ALWERNIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 20 grudnia 1976 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1977 poz. 8)

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii produkcyjnej lub datę produkcji,
- d) masę brutto i netto,
- e) znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79251 p. 2.3.4.

4.2. Przechowywanie. Chromian sodowy techniczny krystaliczny należy przechowywać w suchych i przewiewnych magazynach.

Należy unikać składowania w sąsiedztwie produktów i materiałów palnych.

4.3. Transport. Chromian sodowy techniczny krystaliczny należy przewozić krytymi środkami transportu z zachowaniem Przepisów Ministerstwa Komunikacji i Spraw Wewnętrznych w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych dotyczących materiałów klasy III c.

W przypadku transportu kolejowego chromian sodowy techniczny krystaliczny należy przewozić krytymi wagonami, z zachowaniem Przepisów Ministra Komunikacji w sprawie bezpieczeństwa przy przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych dotyczących materiałów klasy III c.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać zgodnie z zasadami podanymi w PN-67/C-04500.

Z każdej partii w zależności od jej liczebności, należy pobrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
powyżej 160	15

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbnikiem nr 15 wg PN-74/C-60008 dwie próbki pierwotne, każdą o masie co najmniej 200 g.

Pobrane próbki zsytać do suchego naczynia, dokładnie wymieszać, uśrednić i pomniejszyć metodą kwartowania do masy około 500 g.

Pakowanie, przechowywanie, opis i przeznaczenie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/C-04500 p. 6.1, 6.2 i 6.3.

Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać przez 1 miesiąc.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości bezwodnika kwasu chromowego

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11), albo roztwór 15-procentowy.
- c) Skrobia cz., roztwór 0,5-procentowy. Roztwór skrobi powinien być klarowny i przygotowywany nie rzadziej niż 1 raz na 3 dni.
- d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór mianowany 0,1 N.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. 2 g rozdrobnionego badanego chromianu sodowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie, przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. 25 cm³ roztworu pobranego pipetą wlać do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 500 cm³, dodać 10 cm³ roztworu jodku potasowego i 20 cm³ kwasu siarkowego. Kolbę zakryć korkiem, zawartość jej wymieszać i pozostawić w ciemnym miejscu na 10 min. Następnie dodać 150 ÷ 250 cm³ wody i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego aż do zmiany barwy na jasnozieloną, dodając pod koniec miareczkowania około 3 cm³ roztworu skrobi. Równocześnie wykonać ślepią próbę, której wynik należy uwzględnić przy obliczeniach.

Zawartość bezwodnika kwasu chromowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00333 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{2,664 \cdot (V - V_1)}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

V_1 — objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,

0,00333 — ilość bezwodnika kwasu chromowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego, g,
 m — odważka badanego produktu, g.

5.2.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 0,2%.

5.2.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór do oznaczania Cr⁶⁺, przygotowany w następujący sposób: 0,25 g dwufenylokarbazydu cz. rozpuścić w 50

cm³ alkoholu etylowego 96-procentowego z dodatkiem 5 cm³ kwasu octowego lodowatego cz.d.a.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 25,00 g badanego chromianu sodowego rozpuścić w 200 cm³ wody. Roztwór przesączyć przez szklany sączonek nr 4 wysuszony do stałej masy. Osad na sączku przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na Cr⁶⁺ (próba z alkoholowym roztworem dwufenylokarbazydu w środowisku kwaśnym), a następnie suszyć w temperaturze 105÷110 °C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m₁ — masa wysuszonej pozostałości, g,
- m — odważka badanego produktu, g.

Przesącz i wszystkie wody z przemycia należy zebrać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i zachować do następnych oznaczeń.

5.2.3. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- 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. lub cz.
- e) Kwas solny (1,19) cz.d.a.
- f) Roztwór do przemycania (1 cm³ kwasu solnego o gęstości 1,19 w 100 cm³ wody).
- g) Woda utleniona cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 cm³ pobrać pipetą 100 cm³ roztworu wg 5.2.2.2, dodać 25 cm³ kwasu octowego, 1 cm³ kwasu solnego i ostrożnie, pod szkiełkiem, dodawać 20 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy lub 10 cm³ wody utlenionej. Po zakończeniu burzliwej reakcji, roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 15 min, aż do zajścia całkowitej redukcji Cr⁶⁺ do Cr³⁺, na co wskazuje zmiana zabarwienia roztworu na czysto zielone.

Następnie do wrzącego roztworu dodawać kroplami 10 cm³ gorącego roztworu chlorku barowego i pozostawić do odstania na 2 godz.

Po upływie tego czasu odsączyć osad przez twardy ilościowy sączonek i przemyć kilkakrotnie roztworem kwasu solnego (1+100), a następnie gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z roztworem azotanu srebra).

Sączonek wraz z osadem, który po przemyciu powinien być biały, przenieść do tygla porcelano-

wego uprzednio wyprażonego w temperaturze 800÷900°C do stałej masy, wysuszyć, ostrożnie spalić, a następnie wyprażyć w temperaturze 800÷900°C do stałej masy.

Zawartość siarczanów (X₃) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 0,4115 \cdot 500 \cdot 100}{100 \cdot m} = \frac{205,75 \cdot m_1}{m}$$

w którym:

- m₁ — masa wyprażonego osadu, g,
- m — odważka badanego chromianu sodowego, g,
- 0,4115 — współczynnik do przeliczenia BaSO₄ na jon SO₄²⁻

5.2.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 5% wyniku niższego.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory. Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć pipetą 20 cm³ roztworu wg 5.2.2.2 i rozcieńczyć do 100 cm³. Następnie z mikrobiurety dodawać 0,1 N roztworu azotanu srebra, aż do wystąpienia czerwonobrunatnego zabarwienia.

Zawartość chlorków w przeliczeniu na Cl⁻ (X₄) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,003546 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 20} = \frac{8,865 \cdot V}{m}$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1 N roztworu azotanu srebra zużytego do miareczkowania, cm³,
- m — odważka badanego chromianu sodowego wg 5.2.2.2, g,
- 0,003546 — ilość jonów Cl⁻, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu azotanu srebra, g.

5.2.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 5% wyniku niższego.

5.2.5. Oznaczanie zawartości żelaza

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2,0000 g chromianu sodowego i rozpuścić w 50 cm³ wody, ogrzać do wrzenia i dodać 25 cm³ amoniaku, aż do pojawienia się słabego zapachu amoniaku.

Następnie roztwór gotować około 2 min i pozostawić na łaźni wodnej do czasu opadnięcia wodorotlenków żelazowego i glinowego.

Powstały osad odsączyć, przemyć dokładnie gorącą wodą do zaniku barwy przesącza spływającego z lejka i rozpuścić na sączku gorącym 10⁰/o roztworem kwasu solnego.

Sączek dokładnie przemyć wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z azotanem srebra).

Przesącz przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić wodą do kre-

ski. Pobrać z kolby 25 cm³ roztworu i dalej wykonywać oznaczanie wg PN-75/C-04521/03.

5.3. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Producent jest obowiązany dołączyć do każdej wysyłanej partii świadectwo kontroli jakości stwierdzające, że jakość produktu odpowiada wymaganiom normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne ALWERNIA.

2. Dotychczasowe normy. Z dniem 1 lipca 1977 r. ZN-64/MPCh/N-106 zostaje unieważniona.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-75/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu amonowego

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

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

PN-76/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-69/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie bez fałd bocznych, zgrzewane

Rozporządzenie Ministra Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 z 1971 r. poz. 310)

Ministerstwo Komunikacji. Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r.

4. Autor projektu normy — mgr Jerzy Korczyński Zakłady Chemiczne ALWERNIA.