

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Odczynniki Dwuchromian sodowy	6191.143
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest dwuchromian sodowy stosowany jako odczynnik.

Dwuchromian sodowy ma:

- a) wzór chemiczny  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,
- b) masę cząsteczkową 298,00.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki dwuchromianu sodowego o oznaczeniach:

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

2.2. Przykład oznaczenia dwuchromianu sodowego czystego do analizy:

DWUCHROMIAN SODOWY cz.d.a. BN-76/6191-143

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Dwuchromian sodowy powinien mieć postać kryształów barwy żółtopomarańczowej lub ciemnoczerwonej rozpuszczalnych w wodzie.

Zgłoszona przez Zakłady Chemiczne ALWERNIA w Kwaczale  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego  
dnia 6 lutego 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu  
od dnia 1 października 1976 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 7 /1976 poz.23)

3.2. Wymagania techniczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość dwuchromianu sodowego ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), %, nie mniej niż	99	98,5
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Zawartość chlorków w przeliczeniu na Cl, %, nie więcej niż	0,005	0,02
d) Zawartość siarczanów w przeliczeniu na $\text{SO}_4^{2-}$ , %, nie więcej niż	0,025	0,05
e) Zawartość substancji strącających się amoniakiem (Al, Fe, Cr i in.), %, nie więcej niż	0,01	0,025
f) Zawartość wapnia w przeliczeniu na Ca, %, nie więcej niż	0,005	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Dwuchromian sodowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 w workach polietylenowych zgrzewanych.

Masa netto powinna wynosić 25 kg i 50 kg.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowanie i ma wymiary zgodne z systemem wymiarowym opakowań.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić nie mniej niż 500 g.

5.2. Oznaczanie zawartości dwuchromianu sodowego ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )5.2.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- Skrobia cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 8 g badanego dwuchromianu sodowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i dopełnić objętość roztworu wodą do kreski. Pobrać pipetą 25 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu do kolby stożkowej z

doszlifowanym korkiem pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 2 g jodku potasowego i 20 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego i pozostawić w ciemnym miejscu.

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

Zawartość dwuchromianu sodowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,0049675 \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{19,87 \cdot (V - V_1)}{m}$$

w którym:

$V$  - objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$V_1$  - objętość ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm<sup>3</sup>,

$m$  - odważka badanego dwuchromianu sodowego, g,

0,0049675 - ilość Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> · 2H<sub>2</sub>O odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

### 5.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór do oznaczania Cr<sup>6+</sup> przygotowany w następujący sposób: 0,25 g dwufenylokarbazydu cz. rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego 96-procentowego z dodatkiem 5 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego cz.d.a.

5.3.2. Wykonanie oznaczania. 50,00 g badanego dwuchromianu sodowego rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> gorącej wody. Zlewkę z roztworem nakryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać w ciągu 1 godz na łaźni wodnej, następnie przesączyć przez szklany sącdek nr 4 wysuszony do stałej masy. Pozostałość w tyglu przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na Cr<sup>6+</sup> (próba z alkoholowym roztworem dwufenylokarbazydu w środowisku kwaśnym), a następnie suszyć w temperaturze 105±110°C do stałej masy.

Badany dwuchromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa suchej pozostałości nie przekracza:

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

dla odczynnika cz. - 5,0 mg.

Przesącz i pierwsze porcje wody z przemycia należy zebrać do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i zachować do oznaczania zawartości siarczanów oraz zawartości substancji strącających się amoniakiem.

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

##### 5.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) nie zawierający chlorków.
- c) Roztwór wzorcowy chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500.
- d) Roztwór wzorcowy dwuchromianu sodowego, nie zawierający  $\text{Cl}^-$ , przygotowany w następujący sposób: 10,0 g badanego dwuchromianu sodowego rozpuścić w 150  $\text{cm}^3$  wody, dodać 100  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego, ogrzać do temperatury 50°C, dodać 10  $\text{cm}^3$  azotanu srebra i odstawić na 48 godz. Do przygotowania roztworu wzorcowego wziąć 26  $\text{cm}^3$  przezroczystej cieczy po odstaniu.

5.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego dwuchromianu sodowego rozpuścić w 20  $\text{cm}^3$  wody. Do roztworu dodać 10  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego, ogrzać do temperatury 50°C i dodać 1  $\text{cm}^3$  roztworu azotanu srebra. Badany dwuchromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zmętnienie badanego roztworu po 10 min jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu wzorcowego, zawierającego w tej samej objętości i w takim samym naczyniu 26  $\text{cm}^3$  roztworu dwuchromianu sodowego nie zawierającego chlorków oraz:

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

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

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

##### 5.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy,
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- c) Roztwór wzorcowy siarczanów przygotowany wg PN-68/C-06500.
- d) Roztwór dwuchromianu sodowego nie zawierający siarczanów przygotowany w następujący sposób: 5,0 g dwuchromianu sodowego rozpuścić w 180  $\text{cm}^3$  wody, dodać 10  $\text{cm}^3$  kwasu solnego oraz 50  $\text{cm}^3$  roztworu chlorku baru i pozostawić na 24 godz. Przesączyć przez gęsty bezpopiołowy sączonek, uprzednio przemyty gorącą wodą.

Do przygotowania roztworu wzorcowego pobrać 50  $\text{cm}^3$  przesącza.

5.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego dwuchromianu sodowego rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody i jeżeli potrzeba, przesączyć przez gęsty bezpopiołowy sączonek uprzednio przemyty gorącą wodą. Do przesącza dodać 4  $\text{cm}^3$  kwasu solnego, 1  $\text{cm}^3$  roztworu chlorku barowego i wymieszać dokładnie w ciągu 30 s. Powstałe zmętnienie porównać ze zmętnieniem otrzymanym w równocześnie sporządzonym roztworze wzorcowym zawiera-

jącym w tej samej objętości i w takim samym naczyniu  $50 \text{ cm}^3$  roztworu dwuchromianu sodowego nie zawierającego siarczanów,  $4 \text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego,  $1 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku barowego oraz:

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

dla odczynnika cz. -  $0,5 \text{ mg SO}_4^{2-}$ .

Intensywność zmętnienia porównać po upływie 3 godz na ciemnym tle, patrząc z boku. Badany dwuchromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu wzorcowego. Dopuszcza się oznaczanie siarczanów po uprzednim zredukowaniu i oddzieleniu chromu.

## 5.6. Oznaczanie zawartości substancji strącających się amoniakiem

### 5.6.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

5.6.2. Wykonanie oznaczania. Do  $50 \text{ cm}^3$  roztworu otrzymanego wg 5.3.2 dodać  $14 \text{ cm}^3$  amoniaku i zostawić na wrzącej łaźni wodnej tak długo, aż zapach amoniaku będzie ledwo wyczuwalny. Wytrącony osad odsączyć na bezpopiołowym sączku i przemywać gorącą wodą z dodatkiem roztworu chlorku amonowego ( $10 \text{ cm}^3$  na  $100 \text{ cm}^3$  wody).

Sączek z osadem spalić i wyprażyć w temperaturze  $1100 \div 1200^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Badany dwuchromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonego osadu nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. -  $1 \text{ mg}$ ,

dla odczynnika cz. -  $2,5 \text{ mg}$ .

Przesącz i wodę z przemycia pozostawić do oznaczania zawartości wapnia.

## 5.7. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca)

### 5.7.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany wg PN-69/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy dwuchromianu sodowego nie zawierający wapnia przygotowany w następujący sposób:  $40 \text{ g}$  badanego dwuchromianu sodowego rozpuścić w  $164 \text{ cm}^3$  wody, dodać  $28 \text{ cm}^3$  amoniaku,  $8 \text{ cm}^3$  szczawianu amonowego, ogrzać do wrzenia i po upływie  $18 \div 20$  godz przesączyć.

Do przygotowania roztworu porównawczego wziąć  $25 \text{ cm}^3$  przesączu.

5.7.2. Wykonanie oznaczania. Przesącz otrzymany wg 5.6.2 odparować do objętości około  $40 \text{ cm}^3$ , przelać do kolby pomiarowej pojemności  $50 \text{ cm}^3$  i uzupełnić wodą do kreski. Pobrać  $25 \text{ cm}^3$  otrzymanego roztworu, dodać  $2 \text{ cm}^3$  roztworu szczawianu amonowego i mieszaninę ogrzać do wrzenia. Powstałe zmętnienie porównać ze zmętnieniem otrzymanym w równocześnie sporządzonym roztworze wzorcowym, zawierającym w tej samej objętości  $25 \text{ cm}^3$  roztworu dwuchromianu sodowego nie zawierającego wapnia,  $2 \text{ cm}^3$  roztworu amoniaku oraz:

dla odczynnika cz.d.a. -  $0,25 \text{ mg Ca}$ ,

dla odczynnika cz. -  $0,5 \text{ mg Ca}$ .

Intensywność zmętnienia roztworu badanego i wzorcowego porównać po upływie 1 godz na ciemnym tle. Badany dwuchromian sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie roztworu badanego jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu wzorcowego.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne ALWERNIA.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-54/C-80057

- a) podwyższono zawartość dwuchromianu sodowego w gatunku cz. do  $98,5\%$ ,
- b) zaostrzono wymagania dotyczące zawartości Ca: w gatunku cz.d.a. do  $0,005\%$  i cz.  $0,01\%$ ,
- c) wprowadzono turbidymetryczną metodę oznaczania siarczanów.

Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80057 zostaje unieważniona z dniem 1 października 1976 r.

3. Normy związane

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowywanie 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 przygotowywania średniej próbki laboratoryjnej

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 4237-66 Реактивы. Натрий двухромовокислый

5. Autor projektu normy - mgr Genowefa Gliwa.