

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-84</b>
	Odczynniki	<b>6191-180</b>
	<b>Chromian potasowy</b>	Grupa katalogowa 1051

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest chromian potasowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Chromian potasowy ma:

- a) wzór chemiczny  $K_2CrO_4$ ,
- b) masę molową — 194,20 g/mol.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki chromianu potasowego oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** chromianu potasowego czystego do analizy:

CHROMIAN POTASOWY cz.d.a. BN-84/6191-180

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Chromian potasowy powinien mieć postać cytrynowożółtych kryształów dobrze rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu etylowym.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Chromianu potasowego ( $K_2CrO_4$ ), %(m/m), nie mniej niż	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,004	0,01
c) pH-5 procentowego roztworu	8,5÷10,0	8,5÷10,0
d) Chlorków (Cl), %(m/m), nie więcej niż	0,003	0,005

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %(m/m), nie więcej niż	0,025	0,05
f) Miedzi ( $Cu^{2+}$ ), (m/m), nie więcej niż	0,001	0,002
g) Ołowiu ( $Pb^{2+}$ ), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
h) Wapnia ( $Ca^{2+}$ ), %(m/m), nie więcej niż	0,007	0,01
i) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

### 4.1. Pakowanie

**4.1.1. Opakowania jednostkowe** stanowią słoje szklane typu „POCH” dla odczynników chemicznych zgodnie z BN-84/6833-23 z nakrętką polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa netto: 0,1; 0,25; 0,5 i 1 kg.

W uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

**4.1.2. Opakowania transportowe** stanowią:

a) skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06, odporne na narażenie mechaniczne sprawdzone wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 2 i odmiany 1,

b) worki polietylenowe wg BN-76/6410-16 umieszczone w bębnach metalowych wg BN-76/5046-02 odpornych na narażenia mechaniczne, sprawdzonych wg PN-70/O-79100 odpowiednio dla grupy 2 klasy 2 i odmiany 3.

**4.1.3. Znakowanie, opakowań jednostkowych** należy umieścić napis „Szkodliwe”.

**4.1.4. Znakowanie opakowań transportowych** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80001 p. 4.3, umieszczając dodatkowo:

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 10 grudnia 1984 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1985 poz. 8)

- a) znaki manipulacyjne wg PN-76/O-79252 p. 2.4.1, p. 2.4.3 i p. 2.4.4,  
 b) napis „Szkodliwe“,  
 c) liczbę warstw ładowania — 3 warstwy,  
 d) liczbę warstw składowania — 4 warstwy.

**4.2. Formowania jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-81/M-78216.

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą, stabilną jednostkę ładunkową.

**4.3. Przechowywanie.** Chromian potasowy należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i przewiewnych.

Okres gwarancji — 2 lata.

**4.4. Transport chromianu potasowego** może odbywać się dowolnymi krytymi środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi<sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości chromianu potasowego (3.2a),  
 b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),  
 c) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu wodnego (3.2c),  
 d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),  
 e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),  
 f) oznaczanie zawartości miedzi (3.2f),  
 g) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2g),  
 h) oznaczanie zawartości wapnia (3.2h),  
 i) oznaczanie zawartości żelaza (3.2i).

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

- a) wielkość partii — 500 kg,  
 b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g,  
 c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2,  
 d) wielkość próbki ogólnej — równa iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,  
 e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Oznaczanie zawartości chromianu potasowego (K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>)**

#### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Jodek potasowy cz.d.a.

- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11)g/ml.  
 c) Skrobia cz.d.a. roztwór 1%(m/m).  
 d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a. o stężeniu  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , przygotowany wg PN-81/C-04530/02.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** 2,0000 g badanego chromianu potasowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 200 ml, rozpuścić w wodzie, wymieszać, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i ponownie dokładnie wymieszać.

20 ml otrzymanego roztworu przenieść do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 ml, dodać 50 ml wody, 2 g jodku potasowego, 10 ml kwasu siarkowego, postawić w ciemnym miejscu. Po upływie 10 min, rozcieńczyć 100 ml wody i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania roztworu skrobi.

Zawartość chromianu potasowego K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> obliczyć w procentach (X<sub>1</sub>) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,006473 \cdot 200 \cdot 100}{20 \cdot m} = \frac{V \cdot 6,473}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość tiosiarczanu sodowego ściśle o stężeniu  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$  zużyta do miareczkowania, ml,

m — odważka badanego chromianu potasowego, g,

0,006473 — ilość chromianu potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego ściśle o stężeniu  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego chromianu potasowego rozpuścić w 150 ml wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie obliczyć w procentach (X<sub>2</sub>) wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym a — masa wysuszonego osadu, g.

**5.3.3. Oznaczanie pH 5%(m/m) roztworu chromianu potasowego** wykonać wg PN-77/C-04963.

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>)

##### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy cz.d.a., roztwór o stężeniu  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

b) Kwas azotowy cz.d.a. o gęstości  $d(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$ .

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl<sup>-</sup> przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony 10 + 99. 1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl<sup>-</sup>.

d) Roztwór chromianu potasowego nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 10,00 g chromianu potasowego rozpuścić w 70 ml wody, w temperaturze około 50°C, dodać 25 ml kwasu azotowego, 5 ml roztworu azotanu srebra i pozostawić na 18 ÷ 20 h.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Odsączyć wydzielony osad przez sącze odmyty od jonów chlorkowych gorącą wodą. Dla przygotowania roztworu porównawczego stosować 20 ml przesączu.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego chromianu potasowego rozpuścić w 25 ml wody, dodać 1 ml kwasu azotowego ogrzać do temperatury około 50°C, dodać 1 ml roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany chromian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie silniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie, zawierającego w tej samej objętości 20 ml roztworu chromianu potasowego nie zawierającego chlorków oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg/Cl<sup>-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg/Cl<sup>-</sup>.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy.

b) Azotan srebrowy cz.d.a., roztwór o stężeniu  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

c) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 10% (m/m).

d) Kwas solny cz.d.a. o gęstości  $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$ .

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 10,00 g badanego chromianu potasowego rozpuścić w 50 ml wody, dodać 25 ml roztworu kwasu solnego oraz ostrożnie małymi porcjami wlać 30 ml alkoholu etylowego, wymieszać i postawić na wrzącej łaźni wodnej do całkowitej redukcji Cr<sup>6+</sup> do Cr<sup>3+</sup> (roztwór przybiera zabarwienie ciemno zielone). Po skończonej redukcji roztwór ogrzewać na kuchence elektrycznej przykrytej azbestem do odpędzenia nadmiaru aldehydu mrówkowego, następnie ogrzać do wrzenia, dodać 10 ml roztworu chlorku barowego i pozostawić na 18 ÷ 20 h.

Wytrącony osad siarczanu barowego odsączyć stosując bezpopiołowy sącze, osad na sączku przemyć gorącą wodą do zaniku zielonego zabarwienia, a także do zaniku reakcji na jony Cl<sup>-</sup> (próba z azotanem srebrowym), wysuszyć, spalić i wyprażyć do stałej masy.

Zawartość siarczanów obliczyć w procentach ( $X_3$ ) wg wzoru

$$X_3 = \frac{b \cdot 0,41159 \cdot 100}{10} \quad (3)$$

w którym:

$b$  — masa wyprażonego osadu BaSO<sub>4</sub>, g,

0,41159 — współczynnik przeliczeniowy masy BaSO<sub>4</sub> na ASO<sub>4</sub>.

**5.3.6. Oznaczanie zawartości miedzi, ołowiu, wapnia, żelaza (Cu<sup>2+</sup> + Pb<sup>2+</sup> + Ca<sup>2+</sup> + Fe<sup>3+</sup>)**

#### 5.3.6.1. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z miedziową katodą wnątkową.

c) Lampa z ołowiową katodą wnątkową.

d) Lampa z wapniową katodą wnątkową.

e) Lampa z żelazową katodą wnątkową.

#### 5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-81/C-06503 rozcieńczony wodą 1 + 99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-5} \text{ g Cu}^{2+}$ .

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-81/C-06503 rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Pb}^{2+}$ .

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ca<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Ca}^{2+}$ .

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą 10 + 90. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera  $1 \cdot 10^{-4} \text{ g Fe}^{3+}$ .

**5.3.6.3. Warunki fotometrowania.** Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

— dla miedzi 324,7 nm,

— dla ołowiu 217,0 nm lub 283,3 nm,

— dla wapnia 422,7 nm,

— dla żelaza 248,2 nm.

**5.3.6.4. Wykonanie oznaczania.** Do kolby pomiarowej pojemności 200 ml wprowadzić 20,00 g badanego chromianu potasu, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Do 4 kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć po 20 ml roztworu A oraz podane w tabl. 3 objętości rozcieńczonych roztworów wzorcowych miedzi, ołowiu, wapnia i żelaza. Objętość każdej kolby uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie dodatków poszczególnych metali w sporządzonych roztworach podano w tabl. 3.

Zmierzyć kolejno w każdym z roztworów absorbcję miedzi, ołowiu, wapnia i żelaza w optymalnych warunkach pomiaru ustalonych dla danego aparatu. Zawartości każdego z oznaczonych pierwiastków mie-

Tablica 3

Nr kolby	Objętość dodanego rozcieńczonego roztworu wzorcowego, ml				Stężenie dodatku wzorca, g/ml			
	Cu <sup>2+</sup>	Pb <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Pb <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>
I	0	0	0	0	0	0	0	0
II	1,0	0,25	0,5	0,25	$2 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-7}$
III	2,0	0,5	1,0	0,5	$4 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$
IV	3,0	1,0	1,5	1,0	$6 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$

dzi  $X_4$ , ołowiu  $X_5$ , wapnia  $X_6$ , żelaza  $X_7$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_n = \frac{\sum Y_k}{3} \quad (4)$$

w którym:

$$k = 1, 2, 3; n = 4, 5, 6, 7$$

$$Y_k = \frac{A_0 \cdot c_n \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{(A_n - A_0) \cdot m \cdot V_2}$$

gdzie:

$n$  — I, II, III, IV

$c_n$  — stężenie dodatku wzorca, g/ml,

$V_1$  — objętość roztworu A próbki, ml,

$V_3$  — objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru, ml,

$A_n$  — absorbancja oznaczonego w próbce pierwiastka z dodatkiem wzorca,

$A_0$  — absorbancja oznaczonego w próbce pierwiastka bez dodatku wzorca,

$V_2$  — objętość roztworu pobrana z objętości  $V_1$ , ml,

$m$  — odważka badanego chromianu potasowego, g.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

**2. Normy i dokumenty związane**

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

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco redukujących (redoks)

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe, czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200-EUR

PN-70/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na uszkodzenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie

BN-76/6410-16 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych.

Worki z folii poliolefinowych. Podział i określenia

BN-84/6833-23 Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

BN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i z 1968 r. nr 35, poz. 250)

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz.TiZK nr 4 poz. 10 z 1968 r.) wraz z późniejszymi zmianami)

**3. Symbol wg SWW**

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

**4. Autor projektu normy** — mgr inż. R. Adamczyk, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.