

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Odczynniki	6191-31
	Chromian amonowy	
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

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

Chromian amonowy ma:

a/ wzór chemiczny - $(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{CrO}_4$,

b/ ciężar cząsteczkowy - 152,09.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chromianu amonowego, oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia chromianu amonowego gatunku cz.d.a.:

CHROMIAN AMONOWY cz.d.a. BN-64/6191-31

1.4. Normy związane

PN-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną

PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną

PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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. Chromian amonowy powinien mieć postać drobnych kryształów barwy żółcistożółtej, dobrze rozpuszczalnych w wodzie.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a/ Tożsamość	wg 4.2.1	
b/ Zawartość chromianu amonowego $(\text{NH}_4)_2 \text{CrO}_4$, %, co najmniej	99,5	99,0

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 1 października 1964 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 27 stycznia 1965 r.
(Mon. Pol. nr 5/1965 poz. 17)

od.tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
c/ Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01
d/ Zawartość chlorków (Cl), %, najwyżej	0,001	0,005
e/ Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,01	0,05
f/ Zawartość metali alkalicznych (jako siarczany), %, najwyżej	0,2	0,4
g/ Zawartość wapnia (Ca), %, najwyżej	0,004	0,01
h/ Zawartość żelaza (Fe), %, najwyżej	0,0005	0,01

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Chromian amonowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania wg p. 2.2. b) typ laboratoryjny, rodzaj zamknięcia wg p. 2.3.1.3. Masa netto:

gatunek cz.d.a. - 100, 250, 500 i 1000 g.

gatunek cz. - 100, 250, 500 i 1000 g.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 300 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzanie tożsamości. 0,5 g chromianu amonowego rozpuścić w 10 ml wody i przeprowadzić badanie następująco:

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

b/ do kilku mililitrów badanego roztworu dodać 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i podgrzać; wydziela się amoniak.

4.2.2. Oznaczanie zawartości chromianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a/ Jodek potasowy cz.d.a. (wolny od jodanów).

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

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

d/ Skrobia cz.d.a., roztwór 0,5-procentowy.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml wody w kolbie pomiarowej pojemności 500 ml i dopełnić objętość roztworu do kreski. 25 ml otrzymanego roztworu pobrać pipetą do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 500 ml, dodać 2 g jodku potasowego, 10 ml kwasu siarkowego, pozostawić w ciemności na okres 10 min. Następnie dodać 250 ÷ 300 ml wody. Wydzielony jod miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego dodając pod koniec miareczkowania 2 ÷ 3 ml roztworu skrobi.

Zawartość chromianu amonowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot N \cdot 0,050696 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{V \cdot N \cdot 101,39}{m}$$

w którym:

V - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

N - normalność roztworu tiosiarczanu sodowego,

0,050696 - ilość chromianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$ odpowiadająca 1 ml ściśle 1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g,

m - odważka badanego chromianu amonowego, g.

W razie użycia jodku potasowego zawierającego jodany należy wprowadzić odpowiednią poprawkę, obliczoną na podstawie wyników ślepej próby.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50 g badanego chromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 300 ml gorącej wody i przesączyć przez uprzednio wysuszony i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia nr 4. Osad na tyglu przemyć gorącą wodą, wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy i zważyć.

Badany chromian 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 (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 Cl^- , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

d/ Chromian amonowy nie zawierający chlorków, przygotowany w następujący sposób: 10 g chromianu amonowego rozpuścić w 45 ml wody, dodać 50 ml kwasu azotowego, 5 ml roztworu azotanu srebra i pozostawić na 16 ÷ 18 godz. Po upływie tego czasu odsączyć wydzielony osad przez sączonek przemyty uprzednio gorącą wodą; do przyrządzania roztworów wzorcowych używać 20 ml przesączu.

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

Do roztworów porównawczych dodać 20 ml roztworu chromianu amonowego nie zawierającego chlorków oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg Cl^- .

4.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny cz.d.a. (1,12).

b/ Alkohol etylowy 96-procentowy.

c/ Amoniak cz.d.a. roztwór 10-procentowy.

d/ Węglan sodowy bezwodny cz.d.a.

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

f/ Roztwór wzorcowy zawierający jony SO_4^{2-} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 3 g badanego chromianu amonowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50 ml wody, dodać 15 ml kwasu solnego, 15 ml alkoholu etylowego i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 1 godz. Otrzymany ciemnozielony roztwór gotować przez 2÷3 min, rozcieńczyć gorącą wodą do 250 ml, natychmiast dodać 40 ml roztworu amoniaku i ogrzać do wrzenia. Po oziębieniu przesączyć i przesącz uzupełnić wodą do 300 ml. 50 ml otrzymanego roztworu odparować w parownicy porcelanowej na wrzącej łaźni wodnej z 0,2 g węglanu sodowego. Pozostałość rozpuścić w 10 ml wody, zobojętnić roztworem kwasu solnego i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04519.

Do roztworów porównawczych dodać 0,2 g węglanu sodowego, zobojętnić kwasem solnym oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,25 mg SO_4^{2-} .

Pozostałą część przesączu zachować do oznaczania metali alkalicznych wg 4.2.6 i wapnia wg 4.2.7.

4.2.6. Oznaczanie metali alkalicznych (jako siarczany). 100 ml przesączu otrzymanego wg 4.2.5.2. odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej. Do pozostałości dodać 0,5 ml kwasu siarkowego (1,85) i odparować na łaźni piaskowej do całkowitego odpędzenia par kwasu siarkowego, a następnie ostrożnie wyprażyć. Pozostałość rozpuścić w 5 ml wody i przesączyć do tygla uprzednio wyprażonego i zważonego z dokładnością do 0,0002 g. Sączek przemyć 10 ml wody. Przesącz i wodę z przemycia odparować do sucha na wrzącej łaźni wodnej i otrzymaną pozostałość wyprażyć do stałej masy w temperaturze 800°C.

Badany chromian 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 (Ca^{2+})

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

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

b/ Szczawian amonowy, roztwór nasycony.

c/ Roztwór wzorcowy, zawierający jony Ca^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ca^{2+} .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 100 ml przesączu otrzymanego wg 4.2.5.2. odparować na wrzącej łaźni wodnej do objętości 20 ml. Roztwór w razie potrzeby przesączyć, dodać 25 ml roztworu amoniaku, 2,5 ml roztworu szczawianu amonowego, ogrzać do wrzenia i szybko ochłodzić do temperatury 10°C.

Badany chromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po upływie 1 godz nie będzie silniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Ca^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg Ca^{2+} .

4.2.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

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

b/ Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c/ kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

d/ Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chromianu amonowego dla odczynnika cz.d.a. i 0,5 g dla odczynnika cz., odważone z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 50 ml wody, ogrzać do wrzenia i dodawać, ciągle mieszając, małymi porcjami roztworu amoniaku do zmiany zabarwienia roztworu z pomarańczowego na żółty. Następnie usunąć nadmiar amoniaku przez gotowanie, po czym ogrzewać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Wytrącony osad lub zawiesinę odsączyć i przemyć początkowo zimną, a następnie gorącą wodą, do zaniku pomarańczowego zabarwienia sączka. Osad na sączku rozpuścić w 5 ml kwasu siarkowego, sączek przemyć 20 ml gorącej wody, zbierając przesącz i wodę z przemycia do zlewki. Otrzymany roztwór zobojętnić roztworem amoniaku, dodać 5 ml nadmiaru i ponownie ogrzewać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Utworzony osad odsączyć i przemyć najpierw zimną, a następnie gorącą wodą. Osad na sączku rozpuścić w 3 ml kwasu siarkowego i sączek przemyć 20 ml gorącej wody. Następnie do roztworu dodać 10 ml kwasu sulfosalicylowego, 10 ml roztworu amoniaku i wymieszać.

Badany chromian amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Fe^{3+} .

K O N I E C