

|                                    |                      |                       |
|------------------------------------|----------------------|-----------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA       | BN-74                 |
|                                    | Odczynniki           | 6191-124              |
|                                    | Dwuchromian potasowy | Grupa katalogowa X 51 |

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest dwuchromian potasowy, stosowany jako odczynnik.

Dwuchromian potasowy ma:

- wzór chemiczny  $K_2Cr_2O_7$ ,
- masę cząsteczkową 294,19.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki dwuchromianu potasowego o oznaczeniach:

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

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

DWUCHROMIAN POTASOWY cz.d.a. BN-74/6191-124

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Dwuchromian potasowy powinien mieć postać kryształów barwy pomarańczowej rozpuszczalnych w wodzie.

### 3.2. Wymagania chemiczne

| Wymagania                                                                        | Gatunki |         |      |
|----------------------------------------------------------------------------------|---------|---------|------|
|                                                                                  | ch.cz.  | cz.d.a. | cz.  |
| a) Dwuchromianu potasowego ( $K_2Cr_2O_7$ ), %, nie mniej niż                    | 99,8    | 99,8    | 99,5 |
| b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż                     | 0,001   | 0,005   | 0,01 |
| c) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, nie więcej niż                                        | 0,002   | 0,005   | 0,01 |
| d) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż                                 | 0,01    | 0,02    | 0,05 |
| e) Substancji strącających się amoniakiem (Al, Fe, Cr i inne), %, nie więcej niż | 0,004   | 0,02    | 0,05 |
| f) Wapnia ( $Ca^{2+}$ ), %, nie więcej niż                                       | 0,005   | 0,01    | 0,02 |

## 4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

Dwuchromian potasowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 w workach polietylenowych zgrzewanych lub workach polietylenowych wiązanych, dodatkowo zabezpieczonych przez umieszczenie ich w bębnach metalowych lub hobokach. Masa netto powinna wynosić 25 kg i 50 kg.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość 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 400 g.

**5.2. Oznaczanie zawartości dwuchromianu potasowego**

### 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 mianowany 0,1n.

**5.2.2. Wykonanie oznaczania.** Około 2 g badanego dwuchromianu potasowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w zlewce w małej ilości wody na gorąco, przenieść ilościowo po ostudzeniu do kolby pomiarowej pojemności 500 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, o pojemności 200 cm<sup>3</sup>, dodać 2 g jodku po-

Zgłoszona przez Zakłady Chemiczne ALWERNIA w Kwaczale  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 29 maja 1974 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1975 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 25/1974 poz. 78)

tasowego oraz 15 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i pozostawić na 10 min w ciemnym miejscu. Następnie wlać do kolby około 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 1 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi. Równocześnie wykonać ślepą próbę, której wynik należy uwzględnić przy obliczeniach.

Zawartość dwuchromianu potasowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,004903 \cdot 500 \cdot 100}{25 m} = \frac{9,806 (V - V_1)}{m}$$

w którym:

$V$  — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, zużyta do miareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$V_1$  — objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania ślepej próby, cm<sup>3</sup>,

$m$  — masa odważki dwuchromianu potasowego, g,

0,004903 — ilość dwuchromianu potasowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1n 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 dwuchromianu potasowego rozpuścić w 450 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Zlewkę z roztworem nakryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej, następnie przesączyć przez szklany tygiel nr 4. 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.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

$m_1$  — masa tygla szklanego z substancjami nierozpuszczalnymi w wodzie, g,

$m_2$  — masa pustego tygla, g,

$m$  — masa odważki dwuchromianu potasowego, g.

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

0,5 mg dla odczynnika ch.cz.,

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

5,0 mg dla odczynnika cz.

Przesącz i pierwsze wody z przemycia należy zebrać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i zachować do oznaczania wg 5.6.2.

### 5.4. Oznaczanie zawartości chlorków

#### 5.4.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) nie zawierający chlorków.

c) Roztwór, zawierający chlorki, przygotowany wg PN-68/C-06500.

Roztwór dwuchromianu potasowego, nie zawierający Cl<sup>-</sup>, przygotować w następujący sposób: 10 g dwuchromianu potasowego rozpuścić w 150 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, dodać 100 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, ogrzać do temperatury 50°C, dodać 10 cm<sup>3</sup> azotanu srebra i odstawić na 48 godz. Do przygotowania roztworu wzorcowego wziąć 26 cm<sup>3</sup> cieczy po odstaniu.

**5.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1 g badanego dwuchromianu potasowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody. Do roztworu dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, ogrzać do temperatury 50°C i dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra.

Badany dwuchromian potasowy 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 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchromianu potasowego, nie zawierającego chlorków oraz:

0,02 mg Cl<sup>-</sup> dla odczynnika ch.cz.,

0,05 mg Cl<sup>-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,

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

Roztwór azotanu srebra dodawać do badanego roztworu, dodając równocześnie roztwór zawierający Cl<sup>-</sup> do roztworu porównawczego.

W przypadku dwuchromianu potasowego nie zawierającego Cl<sup>-</sup>, do przygotowania roztworu wzorcowego wziąć 1 g dwuchromianu potasowego, 10 ml kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra, odpowiednie ilości wody i roztworu zawierającego Cl<sup>-</sup>.

### 5.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

#### 5.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek baru cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

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

c) Roztwór zawierający siarczany przygotowany wg PN-68/C-06500.

Roztwór dwuchromianu potasowego, nie zawierający siarczanów przygotować w następujący sposób: 5 g dwuchromianu potasowego odważyć i rozpuścić w 180 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, dodać

20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego oraz 50 cm<sup>3</sup> chlorku baru i pozostawić na 24 godz. Następnie przesączyć przez gęsty bezpopiołowy sączonek uprzednio przemyty gorącą wodą. Do przygotowania roztworu wzorcowego wystarcza 45 cm<sup>3</sup> przesączone.

**5.5.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 1 g badanego dwuchromianu potasowego, rozpuścić w 45 cm<sup>3</sup> wody, jeżeli potrzeba przesączyć przez gęsty bezpopiołowy sączonek uprzednio przemyty gorącą wodą. Do przesączone dodać 4 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego i wymieszać dokładnie w ciągu 30 s. Powstałe zmętnienie porównać ze zmętnieniem otrzymanym w równocześnie sporządzonym roztworze wzorcowym zawierającym w tej samej objętości i w takim samym naczyniu 45 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchromianu potasowego nie zawierającego siarczanów, 4 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, 1 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego oraz:

- 0,1 mg SO<sup>2-</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,2 mg SO<sup>2-</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 0,5 mg SO<sup>2-</sup> dla odczynnika cz.

Intensywność zmętnienia roztworu badanego i wzorcowego porównać po upływie 3 godz na ciemnym tle patrząc z boku.

Badany dwuchromian potasowy 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 amonu cz.d.a. roztwór 5-procentowy.

**5.6.2. Wykonanie oznaczania.** Do 200 cm<sup>3</sup> roztworu otrzymanego wg 5.3 dodać 28 cm<sup>3</sup> amoniaku i zostawić na wrzającej łaźni wodnej w zlewce przykrytej szkiełkiem zegarkowym.

Roztwór przesączyć przez bezpopiołowy sączonek. Osad przemywać gorącą wodą z dodatkiem roztworu chlorku amonowego (10 cm<sup>3</sup> na 100 cm<sup>3</sup> wody).

Sączonek z osadem spalić i wyprażyć w temperaturze 1100 ÷ 1200°C do stałej masy.

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

- 0,8 mg dla odczynnika ch.cz.,
- 4 mg dla odczynnika cz.d.a.,
- 10 mg dla odczynnika cz.

## **5.7. Oznaczanie zawartości wapnia**

### **5.7.1. Odczynniki i roztwory**

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Szczawian amonu cz.d.a., roztwór nasycony.
- c) Roztwór zawierający wapń, przygotowany wg PN-68/C-06500.

Dwuchromian potasowy nie zawierający wapnia przygotować w następujący sposób: 20 g dwuchromianu potasowego rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku i 8 cm<sup>3</sup> roztworu szczawianu amonu. Mieszaninę ogrzać do wrzenia i po upływie 18 ÷ 20 godz przesączyć.

Do przygotowania roztworu wzorcowego pobrać 55 cm<sup>3</sup> otrzymanego przesączone.

**5.7.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego dwuchromianu potasowego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku i 2 cm<sup>3</sup> roztworu szczawianu amonu. Mieszaninę ogrzać do wrzenia.

Powstałe zmętnienie porównać ze zmętnieniem otrzymanym w równocześnie sporządzonym roztworze wzorcowym zawierającym w tej samej objętości i w takim samym naczyniu 55 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchromianu potasowego nie zawierającego wapnia, 2 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku oraz:

- 0,25 mg Ca<sup>2+</sup> dla odczynnika ch.cz.,
- 0,5 mg Ca<sup>2+</sup> dla odczynnika cz.d.a.,
- 1,0 mg Ca<sup>2+</sup> dla odczynnika cz.

Intensywności zmętnienia roztworu badanego i wzorcowego porównać po upływie 1 godz na ciemnym tle patrząc z boku.

Badany dwuchromian potasowy 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 w Kwaczale.

**2. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80270.** Wprowadzono turbidymetryczną metodę oznaczania siarczanów na podstawie zalecenia RWPG PC 3258-71.

Dotychczas obowiązująca PN/C-80270 zostaje unieważniona z dniem 1 stycznia 1975 r.

**3. Normy i dokumenty związane**

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie od-

czynników, 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 przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

Systematyczny Wykaz Wyrobów. GUS. Warszawa: Wydawnictwo Katalogów i Cenników 1969

**4. Zalecenia międzynarodowe**

RWPG PC 3258-71 Реактивы. Калий двухромовокислый