

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-85
	Roztwór chlorku cynkowego technicznego	6016-62
		Zamiast PN-64/C-84068
		Grupa katalogowa 1014

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest roztwór chlorku cynkowego technicznego, otrzymywany z cynku lub z surowców cynkonośnych oraz kwasu solnego technicznego.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Roztwór chlorku cynkowego technicznego stosuje się do wytwarzania ogniów suchych, do nasycania drewna, do wytrawiania blachy żelaznej przed ocynkowaniem i do innych celów.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od zawartości chlorku cynkowego rozróżnia się trzy rodzaje roztworu chlorku cynkowego technicznego:

- S — syrop,
- P — podgęszczony,
- R — rozcieńczony.

2.2. Przykład oznaczenia roztworu chlorku cynkowego technicznego rodzaju syrop:

ROZTWÓR CHLORKU CYNKOWEGO
TECHNICZNEGO S BN-85/6016-62

3. WYMAGANIA

Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. I.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Roztwór chlorku cynkowego technicznego rodzaju S należy pakować w worki polietylenowe wg BN-84/6414-06 zamykane przez zgrzewanie, umieszczone w bębnach lekkich metalowych wg BN-76/5046-02, w ilości nie większej niż 100 kg netto.

Roztwór chlorku cynkowego technicznego rodzaju P i R należy dostarczać w cysternach kolejowych albo w autocysternach, wykonanych ze stali kwasoodpornej

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje		
	S	P	R
a) Wygląd zewnętrzny	żółtawa syropowata ciecz z kryształami	bezbarwny lub jasnożółty roztwór dopuszcza się lekkie zmętnienie bez zanieczyszczeń obecnych	bezbarwny roztwór
b) Cynku w przeliczeniu na chlorek cynkowy, %, w granicach	75 ÷ 80	44 ÷ 54 ²⁾	20 ÷ 25
c) Siarczanów (SO ₄ ²⁻), %, najwyżej ¹⁾	0,35	0,35	0,35
d) Związków żelaza w przeliczeniu na Fe ³⁺ , %, najwyżej ¹⁾	0,01	0,01	0,01
e) Miedzi (Cu ²⁺), %, najwyżej ¹⁾	0,001	0,001	nie normalizuje się
f) Arsenu (As ³⁺), %, najwyżej ¹⁾	nie normalizuje się	0,001	nie normalizuje się
g) pH, w granicach	1 ÷ 3	2 ÷ 5	2 ÷ 5
h) Substancji nierozpuszczalnych, %, najwyżej	0,03	0,02	nie normalizuje się

¹⁾ Wartości liczbowe wymagań w poz. c) ÷ f) obliczone w stosunku do 100% ZnCl₂.

²⁾ W roztworze chlorku cynkowego technicznego rodzaju P, produkowanym przez Zakłady Naprawcze Taboru Kolejowego Ostrów Wielkopolski zawartość cynku w przeliczeniu na chlorek cynkowy — 35 ÷ 40%.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 19 lipca 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1986 poz. 5)

lub o powierzchni wewnętrznej walczaka zabezpieczonej warstwą kwasoodporną, albo w bębnach z poli-olefin wg BN-73/6411-03 pojemności nominalnej nie większej niż 60 dm³.

Dopuszcza się stosowanie innego opakowania, uzgodnionego pomiędzy dostawcą, odbiorcą i przewoźnikiem, gwarantującego zachowanie jakości produktu oraz bezpieczeństwa podczas transportu i przy ładowaniu oraz wyładowaniu, o wymiarach zgodnych z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) numer partii lub datę produkcji,
- d) masę netto,
- e) znak odbioru KJ,
- f) znak niebezpieczeństwa dla materiałów żrących (zgodnie z przepisami transportowymi¹).

Dla produktu opakowanego w bębny lekkie metalowe, oprócz napisów a) ÷ f), umieścić dodatkowo:

- g) liczba warstw składowania 1,
- h) liczba warstw ładowania 2.

Wymiary oraz sposób umieszczania znaków — wg PN-85/O-79252.

4.2. Przechowywanie. Roztwór chlorku cynkowego technicznego należy przechowywać w opakowaniach transportowych w pomieszczeniach albo w zbiornikach zamkniętych wykonanych z materiałów kwasoodpornych lub z wykładziną kwasoodporną.

Podczas składowania nie dopuszcza się piętrzenia opakowań transportowych, wypełnionych roztworem chlorku cynkowego technicznego.

4.3. Transport. Roztwór chlorku cynkowego technicznego w opakowaniach wg 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportu kolejowego i samochodowego zgodnie z obowiązującymi przepisami¹). Roztwór chlorku cynkowego technicznego zalicza się, zgodnie z przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych, do 8 klasy materiałów niebezpiecznych, liczba marginesowa 801, punkt 12.

Opakowania w środku transportowym należy ustawiać w pozycji stojącej (zamknięciem do góry) ściśle obok siebie, zabezpieczając je przed przesuwaniem się.

Bębny lekkie metalowe zaleca się ładować do wagonów kolejowych w dwóch warstwach, oddzielając je od siebie przekładkami (płytami) o odpowiedniej wytrzymałości. Dla zwiększenia stabilności ładunku zaleca się wiązanie bębnow w grupy przy użyciu środków o wystarczającej wytrzymałości. Ewentualne, wolne przestrzenie wzdłuż wagonu należy wypełnić, ustawiając pionowo palety płaskie lub stosując konstrukcje rozpierające.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Badanie	
	pełne	niepełne
a) Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3a)	+	+
b) Oznaczanie zawartości cynku (3b)	+	+
c) Oznaczanie zawartości siarczianów (3c)	+	+
d) Oznaczanie zawartości związków żelaza (3d)	+	+
e) Oznaczanie zawartości miedzi (3e)	+	+
f) Oznaczanie zawartości arsenu (3f)	+	+
g) Oznaczanie pH (3g)	+	+
h) Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych (3h)	+	+
Znak + oznacza obowiązek wykonania badania.		

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii.

Badania pełne należy wykonywać co najmniej raz w kwartale, a także w każdym przypadku reklamowania jakości dostarczonej partii roztworu chlorku cynkowego technicznego.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość każdej cysterny lub najwyżej 25 opakowań jednostkowych innego rodzaju.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500.

Z każdej cysterny należy pobrać, z różnych głębokości, 5 próbek pierwotnych, każda o objętości 100 ÷ 150 ml. Probki z cysterny pobierać próbnikiem nr 3 wg PN-74/C-60008.

W przypadku dostawy roztworu chlorku cynkowego technicznego w workach polietylenowych lub w bębnach z poliolefin do poboru próbek należy wybrać losowo liczbę opakowań wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, z których należy pobrać próbki pierwotne
do 3	wszystkie
4 ÷ 5	3
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego pobrać próbnikiem nr 1 lub 2 wg PN-74/C-60008 z około trzech czwartych głębokości dwie próbki pierwotne, każda o masie 100 g. Jeżeli w roztworze są obecne kryształy chlorku cynkowego, zawartość losowo wytypowanych opakowań jednostkowych przenieść do ogrzewanego zbiornika wg 4.2, roztopić, ujednolicić przez mieszanie oraz pobrać próbki pierwotne jak z cysterny.

Próbki pierwotne przenieść do suchego, czystego naczynia, starannie wymieszać i pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g do butelki szklanej, zamykanej doszlifowanym korkiem.

U producenta dopuszcza się pobieranie próbek do badań ze zbiorników, z których są napełniane opakowania transportowe, postępując w ten sam sposób jak przy poborze próbki z cysterny.

¹) Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analiz, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.4.2. Przygotowanie roztworu próbki do badań. Jeżeli średnia próbka laboratoryjna zawiera kryształy chlorku cynkowego, należy ogrzać ją do temperatury $25 \div 30^\circ\text{C}$ i mieszać do całkowitego rozpuszczenia kryształów.

10 g próbki odważyć z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dodać 2 ml kwasu solnego stężonego (1,18), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Do pomiarów absorpcji atomowej roztwór próbki przygotować w następujący sposób: 10 g próbki odważyć z dokładnością do 0,01 g; przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 0,5 ml kwasu solnego stężonego (1,18), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

5.4.3. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego. Cylinder kolorymetryczny pojemności 50 ml napęlić badaną próbką do kreski oraz ocenić wizualnie jej barwę i klarowność, obserwując słup cieczy na jasnym tle.

5.4.4. Oznaczanie zawartości chlorku cynkowego

5.4.4.1. Zasada metody. Metoda polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu roztworu próbki w obecności oranżu ksylanolowego jako wskaźnika.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny, roztwór 1+1.
- Amoniak, roztwór około 25%(m/m).
- Bufor octanowy o pH 6, przygotowany w następujący sposób: 80 g octanu sodowego uwodnionego odważyć z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w wodzie, dodać 1,6 ml kwasu octowego lodowatego, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić wodą do kreski.

d) Siarczan cynkowy, roztwór wzorcowy o $c(\text{ZnSO}_4) = 0,0500 \text{ mol/l}$ przygotować w następujący sposób: 14,38 g siarczanu cynkowego siedmiowodnego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, dodać 1 ml kwasu siarkowego stężonego i dopełnić roztwór wodą do kreski. Dopuszcza się przygotowywanie roztworu wzorcowego z cynku metalicznego.

e) Wersenian dwusodowy, $\text{Na}_2(\text{EDTA}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, roztwór mianowany o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,05 \text{ mol/l}$: 18,62 g odczynnika umieścić w zlewce, rozpuścić w wodzie lekko ogrzewając, ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić wodą do kreski.

Mianowanie roztworu przeprowadzić w następujący sposób: odmierzyć 25,0 ml roztworu wzorcowego siarczanu cynkowego, dodać 25 ml wody, kroplę roztworu oranżu metylowego i kroplami roztwór amoniaku do zmiany zabarwienia na żółte. Następnie dodać 20 ml buforu octanowego, szczyptę oranżu ksylanolowego i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z różowoczerwonej na cytrynowo-żółtą. Należy wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia w tych samych warunkach.

Współczynnik molarności roztworu wersenianu dwusodowego (K) obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{25}{V} \quad (1)$$

w którym V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania, ml.

Za wynik końcowy mianowania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, dla których różnica między wynikami skrajnymi nie przekracza 1% wyniku najniższego.

f) Oranż metylowy, roztwór 0,1%(m/m) przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.30.

g) Oranż ksylanolowy, mieszanina 1%(m/m) z chlorem sodowym, przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.6.25.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć wskazaną w tabl. 4 objętość roztworu próbki, przygotowanego wg 5.4.2, dodać wody do łącznej objętości 50 ml i dalej postępować jak przy mianowaniu roztworu wersenianu dwusodowego wg 5.4.4.2e).

Tablica 4

Rodzaj roztworu chlorku cynkowego technicznego	Objętość roztworu próbki ml
S	10,0
P	20,0
R	25,0

Zawartość cynku w przeliczeniu na chlorek cynkowy (X_1) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,006815 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V_1} = \frac{V \cdot K \cdot 340,75}{m \cdot V_1} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość mianowanego roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

K — współczynnik molarności roztworu wersenianu dwusodowego, oznaczony wg 5.4.4.2e),

m — masa odważki próbki, g,

V_1 — objętość roztworu próbki, odmierzonego do oznaczania wg tabl. 4, ml,

0,006815 — ilość chlorku cynkowego równoważna 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c[\text{Na}_2(\text{EDTA})] = 0,0500 \text{ mol/l}$, g.

5.4.4.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,4%(m/m).

5.4.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.5.1. Zasada metody. Metoda polega na wytrąceniu z roztworu próbki, zakwaszonego kwasem solnym, siarczanu barowego i oznaczaniu jego zawartości wagowo.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny stężony (1,18).
- Kwas azotowy, roztwór 5%(m/m).
- Chlorek barowy, roztwór 10%(m/m).
- Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3)$ około 0,05 mol/l.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Około 30 g próbki odważyć z dokładnością do 0,1 g, przenieść do zlewki pojemności 400 ml, dodać 70 ml wody oraz kroplami kwasu solnego do zaniku zmętnienia. Następnie dodać jeszcze 2 ml kwasu solnego, roztwór ogrzać do wrzenia, dodać 20 ml roztworu chlorku barowego, zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 4 h (albo przez 3 ÷ 5 min i pozostawić na 12 ÷ 16 h).

Osad siarczanu barowego odsączyć przez twardy sączek bezpopiołowy, usuwając osad przylegający do ścianek zlewki za pomocą skrawków bibuły do sączenia. Osad na sączku przemywać najpierw wodą zakwaszoną kwasem solnym (2 ml kwasu na 100 ml wody), potem wodą do reakcji ujemnej na obecność chlorków (po dodaniu 0,5 ml roztworu kwasu azotowego oraz 2 ÷ 3 kropli roztworu azotanu srebrowego do 5 ml przesączu nie pojawia się zmętnienie w ciągu 5 min).

Osad z sączkiem umieścić w tyglu porcelanowym, uprzednio wyprażonym do stałej masy w temperaturze $800 \pm 25^\circ\text{C}$, wysuszyć i spalić sączek, osad wyprażyć w temperaturze $800 \pm 25^\circ\text{C}$, do stałej masy, ostudzić w ekzykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0,4115 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X_1} = \frac{m_1 \cdot 4115}{m \cdot X_1} \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa wyprażonego siarczanu barowego, g,

m — masa odważki próbki, g,

X_1 — zawartość chlorku cynkowego, oznaczona wg 5.4.4, $\%(m/m)$,

0,4115 — współczynnik przeliczeniowy BaSO_4 na SO_4^{2-} .

5.4.5.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.4.6. Oznaczanie zawartości związków żelaza metodą fotokolorymetryczną

5.4.6.1. Zasada metody. Metoda polega na utlenieniu jonów żelazawych (Fe^{2+}) do żelazowych (Fe^{3+}) działaniem nadtlenku wodoru na roztwór próbki zakwaszony kwasem solnym, a następnie wytworzeniu czerwonego kompleksu tiocyanianu żelazowego oraz zmierzeniu absorbancji barwnego roztworu przy długości fali 450 nm w kuwecie o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie wykonać wg PN-81/C-04521/03 p. 6, odmierzając 25,0 ml roztworu próbki, przygotowanego wg 5.4.2.

Zawartość związków żelaza w przeliczeniu na Fe^{2+} (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X_1 \cdot 1000 \cdot 25} = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 200}{m \cdot X_1} \quad (4)$$

w którym:

m_1 — zawartość żelaza oznaczona w próbce analitycznej, mg,

m_0 — zawartość żelaza oznaczona w próbce kontrolnej, mg,

m — masa odważki próbki, g,

X_1 — zawartość chlorku cynkowego, oznaczona wg 5.4.4, $\%(m/m)$.

5.4.6.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

5.4.7. Oznaczanie zawartości związków żelaza metodą spektrometrii absorpcji atomowej

5.4.7.1. Zasada metody. Metoda polega na pomiarze absorpcji atomowej żelaza przy długości fali 248,3 nm.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Żelazo, wzorec do absorpcji atomowej o stężeniu Fe^{3+} 1 mg/ml lub roztwór przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, rozcieńczyć roztworem kwasu siarkowego o $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,001 \text{ mol/l}$ w stosunku 1+9. 1 ml roztworu wzorcowego żelaza zawiera 0,1 mg Fe^{3+} .

b) Chlorek cynkowy spektr. cz., roztwór 500 g/l. Dopuszcza się przygotowanie roztworu z cynku metalicznego spektr. cz. i kwasu solnego spektr. cz.

5.4.7.3. Aparatura

Spektrometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla żelaza.

5.4.7.4. Warunki pomiarów spektrometrycznych. Pomiaru należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze w warunkach optymalnych, ustalonych dla danego przyrządu. W tym celu spektrometr do pomiarów należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.7.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do 6 kolb pomiarowych, każda pojemności 100 ml, odmierzyć kolejno: 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 ml roztworu wzorcowego żelaza. Następnie, w zależności od rodzaju roztworu chlorku cynkowego, dla którego ma być oznaczana zawartość żelaza, do każdej kolby dodać ilość roztworu chlorku cynkowego (5.4.7.2b), wskazaną w tabl. 5, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Tablica 5

Rodzaj roztworu chlorku cynkowego technicznego	Objętość roztworu chlorku cynkowego spektr. cz.
S	16,0
P	8,0
R	4,0

Stężenia żelaza (Fe^{3+}) w tak przygotowanej skali wzorców wynoszą: 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 mg/l.

Zmierzyć absorbancję żelaza przygotowanych roztworów, powtarzając dwukrotnie pomiar dla każdego wzorca.

Dla otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych stężenia żelaza w mg/l, a na osi rzędnych średnie arytmetyczne odpowiadających im absorbancji.

5.4.7.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję żelaza dla roztworu próbki, przygotowanego wg 5.4.2, w takich samych warunkach jak przy pomiarach do krzywej wzorcowej. Stężenie żelaza w roztworze próbki odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość związków żelaza w przeliczeniu na Fe^{3+} (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{c \cdot 0,1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot X_1} = \frac{c}{m \cdot X_1} \quad (5)$$

w którym:

c — stężenie żelaza oznaczone w roztworze próbki, mg/l,

m — masa odważki próbki, g,

X_1 — zawartość chlorku cynkowego, oznaczona wg 5.4.4, $\%(m/m)$.

5.4.7.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

5.4.8. Oznaczanie zawartości miedzi metodą kolorymetryczną

5.4.8.1. Zasada metody. Metoda polega na ekstrakcji miedzi roztworem chloroformowym dwuetylodwutiokarbaminianu ołowiu oraz wizualnym porównaniu intensywności zabarwienia warstwy chloroformowej i przygotowanego analogicznie roztworu porównawczego.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie wykonać metodą z zastosowaniem dwuetylodwutiokarbaminianu ołowiu wizualnie wg PN-80/C-04538 p. 2.2.5.

Do oznaczania odmierzyć 50,0 ml roztworu próbki, przygotowanego wg 5.4.2. Do porównania intensywności zabarwień przygotować roztwór porównawczy zawierający ilość miedzi (m) obliczoną w miligramach wg wzoru

$$m = 0,01 \cdot \frac{X_1}{100} = 0,0001 \cdot X_1 \quad (6)$$

w którym X_1 — zawartość chlorku cynkowego, oznaczona wg 5.4.4, $\%(m/m)$.

5.4.9. Oznaczanie zawartości miedzi metodą spektrometrii absorpcji atomowej

5.4.9.1. Zasada metody. Metoda polega na pomiarze absorpcji atomowej miedzi przy długości fali 324,8 nm.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Miedź, wzorec do absorpcji atomowej o stężeniu Cu^{2+} 1 mg/ml lub roztwór przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony wodą w stosunku 1+9. 1 ml roztworu wzorcowego miedzi zawiera 0,1 mg Cu^{2+} .

b) Chlorek cynkowy spekt. cz., roztwór wg 5.4.7.2b).

5.4.9.3. Aparatura

Spektrometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla miedzi.

5.4.9.4. Warunki pomiarów spektrometrycznych. Pomiar należy wykonać w płomieniu acetylen-powietrze w warunkach optymalnych, ustalonych dla danego przyrządu. W tym celu spektrometr do pomiarów należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.9.5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do 5 kolb pomiarowych, każda pojemności 100 ml, odmierzyć kolejno: 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 ml roztworu wzorcowego miedzi. Następnie, w zależności od rodzaju roztworu chlorku cynkowego technicznego, dla którego ma być oznaczana zawartość miedzi, do każdej kolby dodać ilość roztworu chlorku cynkowego (5.4.7.2b) wskazaną w tabl. 5, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenia miedzi (Cu^{2+}) w tak przygotowanej skali wzorców wynoszą: 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 mg/l.

Zmierzyć absorbancję miedzi dla przygotowanych roztworów, powtarzając dwukrotnie pomiar dla każdego roztworu.

Dla otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych stężenia miedzi w mg/l, a na osi rzędnych średnie arytmetyczne odpowiadających im absorbancji.

5.4.9.6. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję miedzi dla roztworu próbki, przygotowanego wg 5.4.2, w takich samych warunkach jak przy pomiarach do krzywej wzorcowej. Stężenie miedzi w roztworze próbki odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość miedzi (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{c \cdot 0,1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot X_1} = \frac{c}{m \cdot X_1} \quad (7)$$

w którym:

c — stężenie miedzi oznaczone w roztworze próbki, mg/l,

m — masa odważki próbki, g,

X_1 — zawartość chlorku cynkowego, oznaczona wg 5.4.4, $\%(m/m)$.

5.4.9.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

5.4.10. Oznaczanie zawartości arsenu należy wykonać wg PN-81/C-04511:

a) zmodyfikowaną metodą Gutzeita w środowisku kwasu siarkowego albo

b) metodą fotokolorymetryczną z użyciem dwuetylodwutiokarbaminianu srebra, odmierzając do oznaczeń 30,0 ml roztworu próbki, przygotowanego wg 5.4.2, a do roztworu wzorcowego ilość arsenu (m) obliczoną w miligramach wg wzoru

$$m = 0,006 \cdot \frac{X_1}{100} = 0,00006 \cdot X_1 \quad (8)$$

w którym X_1 — zawartość chlorku cynkowego, oznaczona wg 5.4.4, $\%(m/m)$.

5.4.11. Oznaczanie pH próbki roztworu chlorku cynkowego technicznego wykonać papierkiem wskaźnikowym uniwersalnym, a w przypadku konieczności uzyskania dokładniejszego wyniku oznaczania, metodą potencjometryczną z zastosowaniem elektrody szklanej w temperaturze 25°C wg PN-77/C-04963 p. 2.2.

5.4.12. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych

5.4.12.1. Zasada metody. Metoda polega na odsączeniu substancji nierozpuszczalnych i oznaczeniu ich wagi.

5.4.12.2. Odczynniki

Kwas solny stężony (1,18).

5.4.12.3. Sprzęt laboratoryjny

Tygiel lub lejek ze spiekem szklanym o średnicy porów $5 \div 15 \mu\text{m}$ (G4).

5.4.12.4. Wykonanie oznaczania. Do 75 g próbki roztworu chlorku cynkowego rodzaju S albo 100 g próbki rodzaju P, odważonej z dokładnością do 0,1 g w zlewce pojemności 400 ml, dodać 150 ml wody i 2 ml kwasu solnego oraz ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 1 h.

Roztwór przesączyć przez tygiel lub lejek ze spiekem, uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$, przemyć kilkakrotnie gorącą wodą zakwaszoną kwasem solnym (2 ml kwasu na 100 ml wody) i w końcu wodą.

Tygiel lub lejek z osadem wysuszyć w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$ do stałej masy i po ochłodzeniu w eksykatorze, zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X_s) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_s = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (9)$$

w którym:

m_1 — masa osadu na tyglu lub sączku ze spiekem, g,

m — masa odważki próbki, g.

5.4.12.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego.

5.5. Interpretacja wyników. Wyniki końcowe oznaczeń porównać z wartościami liczbowymi wymagań, stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię roztworu chlorku cynkowego technicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki roztworu chlorku cynkowego technicznego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany na żądanie odbiorcy przesłać zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Nieorganicznej w Gliwicach przy współpracy z Zakładami Chemicznymi TARNOWSKIE GÓRY oraz Zakładem Doświadczalnym Hutnictwa Miedzi Instytutu Metali Nieżelaznych w Legnicy.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-64/C-84068

a) normą objęto wyłącznie roztwory chlorku cynkowego technicznego, wytwarzane w kraju,

b) wprowadzono dwa nowe rodzaje roztworu chlorku cynkowego technicznego, oznaczone symbolami S i R; w rodzaju R podwyższono zawartość głównego składnika z co najmniej 42,0% na $44 \div 54\%$,

c) określono dopuszczalną zawartość zanieczyszczeń w produkcie; w rodzaju R obniżono dopuszczalną zawartość siarczanów z 0,45% do 0,35% w przeliczeniu na 100% chlorku cynku oraz żelaza z 0,6% do 0,01%, ponadto ustalono dopuszczalną zawartość miedzi, arsenu, substancji nierozpuszczalnych, granice kwasowości roztworu chlorku cynku.

d) znowelizowano metody badań roztworu chlorku cynkowego technicznego; do oznaczania zawartości żelaza i miedzi wprowadzono metody spektrometrii absorpcji atomowej równoległe do metod kolorymetrycznych, a do oznaczania zawartości arsenu metodę Gutzeita wg PN-81/C-04511.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-81/C-04521/03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu (rodanku) amonowego

PN-80/C-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości miedzi

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

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

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

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

BN-73/6411-03 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Bębny z poliolefin. Wymagania i badania

BN-84/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie bez fałd bocznych, zgrzewane

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK z 1968 r. nr 20, poz. 84 wraz z późniejszymi zmianami)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID) stanowiący załącznik I do Konwencji CIM (Dz. U. z 1968 r. nr 21, poz. 137) wraz z późniejszymi zmianami. Zgodnie z tym regulaminem roztwór chlorku cynkowego zaliczany jest do materiałów żrących (kl. 8, l.m. 801 p. 12)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej stanowiące Załącznik 4 do Umowy o międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej (SMGS) (Dz. TiZk z 1966 r. nr 7 poz. 35) wraz z późniejszymi zmianami

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 2 grudnia 1983 r. w sprawie warunków i kontroli przewozu drogowego materiałów niebezpiecznych (Dz.U. z 1983 r. nr 67, poz. 301)

4. Normy zagraniczne

Bułgaria БДС 8691-77 Цинков хлорид технически

Rumunia STAS 2262-68 Clorura de zinc tehnica, soluție
ZSRR ГОСТ 7345-78 Цинк хлористый технический. Технические условия

5. Symbol wg SWW — 1221-353.

6. Autorzy projektu normy — dr inż. Jerzy Gawłowski, Instytut Chemii Nieorganicznej w Gliwicach; mgr inż. Jadwiga Kielak, Maria Kamionka, Zakłady Chemiczne TARNOWSKIE GÓRY oraz mgr inż. Adela Kościelniak, Zakład Doświadczalny Hutnictwa Miedzi Instytutu Metali Nieżelaznych w Legnicy.