

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-90
	Odczynniki		6191-121
	Chlorek wapniowy krystaliczny		Zamiast BN-73/6191-121
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek wapniowy krystaliczny stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek wapniowy krystaliczny ma:

- a) wzór chemiczny $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę molową — 219,09 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, norma ustala dwa gatunki chlorku wapniowego krystalicznego:

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

2.2. Przykład oznaczania chlorku wapniowego krystalicznego czystego do analizy

CHLOREK WAPNIOUY KRYSZTALICZNY cz.d.a.
BN-90/6191-121

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek wapniowy krystaliczny powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, rozpuszczających się na powietrzu, łatwo rozpuszczalnych w wodzie i w alkoholu etylowym 96%(V/V).

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku wapniowego ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), %(m/m), nie mniej niż	98,5	97,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
c) Wolnych kwasów (jako HCl), %(m/m), nie więcej niż	0,004	0,007
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
e) Baru (Ba^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
f) Żelaza (Fe^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0002	0,0005

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
g) Metali ciężkich (jako Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Magnezu i metali alkalicznych (jako siarczany), %(m/m), nie więcej niż	0,3	0,6
i) Magnezu (Mg^{2+}), %(m/m), nie więcej niż ¹⁾	0,05	0,1
j) Sodiu (Na^+), %(m/m), nie więcej niż ¹⁾	0,2	0,3
k) Potasu (K^+), %(m/m), nie więcej niż ¹⁾	0,01	0,02

¹⁾ Oznaczenie magnezu, sodu i potasu przeprowadza się nie rzadziej niż 1 raz/rok i przy zmianie technologii produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Chlorek wapniowy krystaliczny należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią:

a) Słoje ze szkła brunatnego szklane wg BN-84/6833-23 z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką lub słoje z tworzywa sztucznego z nakrętką i podkładką z tego samego materiału. Masa netto: 1000 g.

b) Worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06, umieszczone w workach papierowych.

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 niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-89/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-88/C-80001 i PN-76/O-79251. Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić znak ostrzegawczy i napis „Produkt przechowywać w temp. najwyżej 25°C”.

Zgłoszona przez PPH Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 27 kwietnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1990, poz. 21)

4.2.3. Opakowania transportowe dla słoików stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06 odporne na narażenie mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 3 i odmiany 1. Opakowanie transportowe dla worków z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06 stanowią bębny tekturowe, beczki drewniane wg PN-76/O-79351 odporne na narażenie dla grupy 2, klasy 2, odmiany 3 lub inne opakowania gwarantujące właściwe zabezpieczenie opakowań. Pojedyncze słoiki w skrzyniach należy zabezpieczyć przed rozbiciem środkiem amortyzującym i układać w jednej warstwie.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać wg PN-87/C-80001, umieszczając dodatkowo:

- a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1 i p. 2.4.3,
- b) liczbę warstw składowania — 3 warstwy,
- c) liczbę warstw ładowania — 2 warstwy dla przesyłek drobnicowych.

4.3. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-88/M-78216.

Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył z paletą stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Chlorek wapniowy krystaliczny należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w magazynach suchych, o zawartości wilgoci poniżej 75%, dobrze wentylowanych, w temperaturze nie przekraczającej 25°C.

Liczba warstw składowania — 3.

4.5. Transport. Chlorek wapniowy krystaliczny nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR, może być transportowany dowolnymi środkami transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾.

Liczba warstw składowania — 3.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości chlorku wapniowego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości baru (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości magnezu i metali alkalicznych (jako siarczany) (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości magnezu (3.2i),
- k) oznaczanie zawartości sodu (3.2j),
- l) oznaczanie zawartości potasu (3.2k).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg chlorku wapniowego krystalicznego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, próbki odczynnika cz. należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500, przyjmując:

- a) wielkość partii — najwyżej 500 kg,
- b) wielkość próbki pierwotnej — 200 g,
- c) liczba próbek jednostkowych — wg tabl. 2.

Tablica 2

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

d) wielkość próbki ogólnej równą sumie mas wszystkich próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylacyjną lub wodę o równoważnej czystości, zwanej w dalszej treści normy wodą.

Ważenie do stałej masy należy interpretować wg PN-81/C-01055 p. 2.4.4.

5.4.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki chlorku wapniowego krystalicznego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2, rozpuszczalność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Przygotowanie roztworu do badań. 40 g chlorku wapniowego krystalicznego rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić do kreski wodą, wymieszać.

Otrzymany roztwór przesączyć (używać do oznaczania siarczanów, baru, żelaza, metali ciężkich jako ołów, magnezu i metali alkalicznych jako siarczany, magnezu, sodu i potasu).

Roztwór ten określa się symbolem A.

5.4.4. Oznaczanie zawartości chlorku wapniowego (CaCl₂ · 6H₂O)

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na miareczkowym oznaczaniu zawartości wapnia roztworem wersenianu dwusodowego wobec wskaźnika tymoloftaleksonu.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Czerwień metylowa, wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.11.

b) Kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol}$ wg PN-81/C-04530/01 p. 2.1.3.

c) Tymoloftalekson, wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.6.33.

d) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o $c(\text{di-Na-EDTA}) 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5b).

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

e) Wodorotlenek potasowy, roztwór o $c(\text{KOH}) = 2 \text{ mol/l}$.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego chlorku wapniowego krystalicznego, odważonego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w wodzie i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić objętość kolby do kreski wodą i wymieszać.

Do oznaczenia odmierzyć 25 ml, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 200 ml wody, 1 kroplę czerwieni metylowej, następnie dodać ostrożnie kwasu solnego do zmiany barwy roztworu na różową, 5 ml wodorotlenku potasowego, szczyptę tymoloftaleksonu i miareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany barwy z błękitnej na szarą (dopuszcza się odcień fioletowy).

Należy wykonać ślepą próbę z wszystkimi odczynnikami jak przy próbie badanej i zużyte ml wersenianu odjąć od zużytych ml przy próbie badanej.

Zawartość chlorku wapniowego $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0109545 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{V \cdot 21,909}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, po odjęciu próby ślepej, zużyta do miareczkowania, ml,

m — masa odważki próbki chlorku wapniowego krystalicznego, g.

0,0109545 — ilość $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.4.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między średnią arytmetyczną i poszczególnymi wynikami oznaczeń nie powinna być większa niż 0,3%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.5.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu chlorku wapniowego krystalicznego w wodzie, wygrzewaniu, odsączaniu, wysuszeniu i zważeniu pozostałości.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory. Azotan srebra, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. 50 g badanego chlorku wapniowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w wodzie i uzupełnić objętość do 150 ml, następnie wygrzewać w ciągu 1 h na wrzącej łaźni wodnej, przesaczyć przez uprzednio wysuszony w temperaturze $105 \pm 5^\circ\text{C}$ szklany tygiel z dnem porowatym G-4, przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na Cl (próba z roztworem azotanu srebra), wysuszyć i zważyć.

Badany chlorek wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

5.4.6. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (jako HCl)

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina około 0,1%(m/V) roztwór alkoholowy, przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.4.10.

b) Wodorotlenek sodowy roztwór mianowany $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2. z roztworu o $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

c) Woda destylowana nie zawierająca CO_2 , przygotowana wg PN-89/C-06500 p. 2.2.148.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego chlorku wapniowego krystalicznego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody bez CO_2 , dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować (dodając kroplami z mikrobiurety) roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia słabo różowego zabarwienia.

Zawartość wolnych kwasów jako HCl (X_2) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,00365 \cdot 100}{m_1} = \frac{V \cdot 0,365}{m} \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$, zużyta do miareczkowania, ml,

m_1 — masa odważki próbki chlorku wapniowego krystalicznego, g,

0,00365 — ilość kwasu solnego (HCl), odpowiadająca 1 ml roztworu o $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.6.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

Różnica między średnią arytmetyczną, a poszczególnymi wynikami nie powinna być większa niż 0,001% dla gatunku cz.d.a. i cz.

5.4.7. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 5 ml roztworu A, przygotowanego wg 5.4.3, i uzupełnić wodą do objętości 46 ml. Oznaczanie należy wykonać w cylindrach Nesslera pojemności 100 ml wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany chlorek wapniowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,

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

5.4.8. Oznaczanie zawartości baru (Ba^{2+})

5.4.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Dwuchromian potasowy 10%(m/m).

b) Kwas octowy lodowaty.

c) Octan sodowy 30%(m/m).

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ba^{2+} przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą (10 +

+ 990). 1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ba^{2+} .

e) Roztwór chlorku wapnia nie zawierający baru: 20 g chlorku wapniowego $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 50 ml wody, dodać 15 ml octanu sodowego, 0,3 ml kwasu octowego i 10 ml dwuchromianu potasowego, uzupełnić objętość do 100 ml i odstawić na $8 \div 10$ h. W przypadku wytrącenia osadu przesączyć przez twardy sączek.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Do oznaczenia odmierzyć 5 ml (= 2,0 g) roztworu A, przygotowanego w 5.4.3, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 50 ml, dodać 25 ml wody, 3 ml roztworu octanu sodowego, 1 kroplę kwasu octowego i po 10 min 2 ml roztworu dwuchromianu potasowego.

Badany chlorek wapniowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie, powstałe w roztworze badanym w ciągu 15 min, jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników (ilość dwuchromianu potasowego — 1 ml) oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg Ba^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg Ba^{2+}

oraz 10 ml roztworu chlorku wapniowego nie zawierającego Ba^{2+} i odczynniki jak przy próbie badanej.

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

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/02 p. 4.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 25 ml (= 10,0 g) roztworu A, przygotowanego w p. 5.4.3, i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/02 p. 8.

Badany chlorek wapniowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Fe,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe.

5.4.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (jako Pb^{2+})

5.4.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Gliceryna.

b) Kwas solny 25%(m/m) i roztwór o stężeniu $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

c) Octan amonowy.

d) Tioacetamid roztwór 4%(m/m), trwały przez trzy dni.

e) Wodorotlenek sodowy $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

f) Roztwór buforowy o pH 3,5 przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 200 ml odważyć 50,00 g octanu amonowego, dodać 50 ml wody, 70,0 kwasu solnego 25%(m/m), rozcieńczyć wodą do kreski i dobrze wymieszać.

g) Mieszanina wodorotlenku sodowego i gliceryny przygotowana w następujący sposób: do kolby stożkowej pojemności 100 ml przenieść 15 ml roztworu wodorotlenku sodowego wg e), 5 ml wody, 20 ml gliceryny i dobrze wymieszać.

h) Roztwór tioacetamidu odczynnikowy przygotowany w następujący sposób: 2,0 ml tioacetamidu wg d) i 10 ml roztworu mieszaniny wodorotlenku sodowego i gliceryny wg g) wprowadzić do próbki, wymieszać i ogrzewać w łaźni wodnej przez 20 s.

Roztwór należy przygotować każdorazowo przed dodaniem do roztworu badanego.

i) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46 i rozcieńczony wodą (10 + 990).

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 12,5 ml (= 5,0 g) roztworu A przygotowanego wg 5.4.3, doprowadzić roztworem kwasu solnego o stężeniu $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ do pH 3-4, dodać 5,0 ml roztworu buforowego wg 5.4.10.1f) i wymieszać.

Następnie dodać 3,0 ml ogrzanego odczynnikowego roztworu tioacetamidu wg 5.4.10.1h), wymieszać i porównać powstałe ściemnienie po upływie 2 min.

Badany chlorek wapniowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe ściemnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Pb^{2+} .

5.4.11. Oznaczanie zawartości magnezu i metali alkalicznych (jako siarczany)

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak 10%(m/m) przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.11.

b) Czerwień metylowa, wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.11.

c) Kwas solny 25%(m/m).

d) Kwas siarkowy 96%(m/m).

e) Szczawian amonowy 4%(m/m).

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 2,5 ml 1,0 g roztworu A przygotowanego w 5.4.3, dodać 12,5 ml wody, 1 ml kwasu solnego i ogrzać do wrzenia.

Następnie dodać 20 ml gorącego roztworu szczawianu amonowego, 2 krople czerwieni metylowej, amoniaku do zmiany barwy na żółtą i odstawić na 4 h. Objętość uzupełnić do 40 ml i przesączyć przez suchy twardy sączek, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Do oznaczania odmierzyć 20 ml klarownego przesączu, przenieść do uprzednio wyprażonej i zważonej parownicy kwarcowej, dodać 0,5 ml kwasu siarkowego, odparować początkowo na łaźni wodnej, a następnie do sucha na łaźni piaskowej.

Parownicę z osadem wyprażyć w temperaturze 800°C do stałej masy. Jednocześnie wykonać należy próbę z tymi samymi odczynnikami i przy obliczaniu uwzględnić poprawkę.

Badany chlorek wapniowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 1,5 mg,

dla odczynnika cz. — 3,0 mg.

5.4.12. Oznaczanie zawartości magnezu

5.4.12.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na utworzeniu barwnego związku adsorpcyjnego $\text{Mg}(\text{OH})_2$ z żółcenią tytanową po oddzieleniu wapnia.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak 25%(m/m), roztwór przygotowany wg PN-89/C-06500 p. 2.2.10, nie zawierający dwutlenku węgla.

b) Kwas octowy, roztwór o $c(\text{CH}_3\text{COOH})$ 5 moli/l.

c) Molibdenian amonowy, roztwór 10%(m/m).

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 5$ mol/l, przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.2.2.2, odważając 220 g NaOH stałego.

e) Żółcień tytanowa (żółcień tiazolowa), roztwór 0,01%(m/m). Odważyć 0,01 g żółcieni tytanowej $[\text{C}_{28}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{S}_2(\text{SO}_3\text{Na})_2]$ i rozpuścić w 100 ml wody.

f) Roztwór wzorcowy magnezu przygotować wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39, rozcieńczony wodą (1 + 99). 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Mg^{2+} .

5.4.12.3. Wykonanie oznaczania. 1 g chlorku wapniowego krystalicznego odważyć z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 30 ml wody, dodać 4 ml NH_4OH i 5 ml CH_3COOH , ogrzać do wrzenia, następnie małymi porcjami dodawać 22 ml molibdenianu amonowego i przez 15 min łagodnie gotować.

Po ostudzeniu, zawartość uzupełnić do objętości 50 ml i przesączyć. Do 5 ml przesączu dodać 20 ml wody, 5 ml żółcieni i 10 ml NaOH. Badany chlorek wapniowy krystaliczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie jest mniejsze lub równe roztworom porównawczym zawierającym w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Mg^{2+} ,

dla odczynnika cz. — 0,10 mg Mg^{2+}

oraz 10 ml NaOH i 5 ml żółcieni tytanowej.

5.4.13. Oznaczanie zawartości sodu (Na^+) i potasu (K^+)

5.4.13.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na porównaniu intensywności promieniowania rezonansowych linii pierwiastków sodu i potasu, tworzących się w płomieniu mieszaniny sprężonego powietrza i acetyleny przy wprowadzeniu do niego roztworów badanych chlorku wapniowego i z wprowadzoną określoną ilością sodu i potasu do roztworów badanych chlorku wapniowego, tzw. metodą dodania wzorca.

5.4.13.2. Aparatura i przyrządy — wg PN-88/C-04953 p. 2.4.

5.4.13.3. Odczynniki i roztwory — wg PN-88/C-04953 p. 2.3.

a) Kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 38\%$, nie zawierający Na^+ i K^+ , o najwyższej czystości.

b) Węglan wapnia CaCO_3 , stały, nie zawierający Na^+ i K^+ , o najwyższej czystości.

c) Roztwór wzorcowy sodu przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60. 1 ml przygotowanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .

d) Roztwór wzorcowy potasu przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49a). 1 ml przygotowanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g K^+ .

e) Roztwór wzorcowy roboczy sodu Na^+ i potasu K^+ , przygotowany przez wprowadzenie do kolby pomiarowej pojemności 100 ml po 10 ml roztworów wzorcowych przygotowanych wg 5.4.13.3a) i b), dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera po $1 \cdot 10^{-4}$ g Na^+ i K^+ .

f) Roztwór kontrolny, tzw. roztwór „ślepej próby“, przygotować w następujący sposób: odważyć 0,913 g węglanu wapnia wg d) zwilżyć wodą, dodać 2 ml kwasu solnego wg e), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Z przygotowanego roztworu pobrać 10 ml do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

5.4.13.4. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odmierzyć 10 ml roztworu A przygotowanego wg 5.4.3, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml (4 g badanego $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór ten określa się symbolem B.

5.4.13.5. Wykonanie oznaczania. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić 5 ml roztworu B(V_2) oraz kolejno 0, 1,0, 2,0, 4,0 ml roztworu roboczego wzorcowego, przygotowanego wg 5.4.13.3e), uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (V_3). Stężenia (dodatku wzorca) sodu i potasu c_0, c_1, c_2, c_3 wynoszą odpowiednio 0, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Ścisłe przestrzegając ustalonych w instrukcji załączonej do aparatu warunków pomiaru, należy kolejno rozpylać w jednakowych warunkach roztwór kontrolny przygotowany wg 5.4.13.3f) oraz roztwory badane i zapisać odpowiadające im wskazania przyrządu pomiarowego.

Punkt zerowy aparatu nastawia się na roztwór kontrolny przygotowany wg 5.4.13.3f).

Po wykonaniu każdego pomiaru należy rozpylić wodę.

Dla każdego roztworu pomiar przeprowadzić trzykrotnie, obliczyć średnią arytmetyczną trzech wyników badań.

Zawartość sodu Y_I oraz potasu Y_{II} obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$Y_{I,II} = \frac{Y_n}{n} \quad (3)$$

$$\text{gdzie} \quad Y_n = \frac{W_0 \cdot c_n \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 100}{(W_n - W_0) \cdot m \cdot V_2}$$

w którym:

n — 1, 2, 3, próbki z dodatkiem wzorca,

W_0 — wskazanie miernika przyrządu przy rozpylaniu roztworu próbki bez dodatku wzorca,

W_n — wskazanie miernika przyrządu przy rozpylaniu roztworu próbki z dodatkiem wzorca,

c_n — stężenie dodatku wzorca, g/ml,

V_1 — objętość roztworu, w którym znajduje się próbka — roztwór B, ml,

V_2 — objętość roztworu pobranego z V_1 ,

V_3 — objętość roztworu, do której rozcieńczono V_2 , ml,

m — masa badanej próbki (roztwór B), g.

5.4.13.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń, przy czym różnica między nimi powinna być większa niż $\pm 10\%$ wartości średniej.

5.5. Ocena wyników badania. Partię chlorku wapniowego krystalicznego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badanej próbki chlorku wapniowego krystalicznego pobranego wg 5.3 odpowiadają wymaganiom wg rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii chlorku wapniowego krystalicznego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiory zaświadczenia, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne — Gliwice, Inowrocławskie Zakłady Chemiczne w Inowrocławiu-Mątwach.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6191-121

a) zastrzono wymagania zawartości $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ w gat. cz.d.a. i cz.

b) wprowadzono oznaczanie zawartości metali ciężkich jako Pb^{2+} z tioacetamidem,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości żelaza z 2,2-dwupirydylem,

d) wprowadzono oznaczanie magnezu z zastosowaniem żółci tytanowej,

e) wprowadzono oznaczanie sodu i potasu metodą fotometrii płomieniowej,

f) norma dotyczy zastosowania chlorku wapniowego krystalicznego wg wymagań dla odczynnika chemicznego

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonania badań

PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli

PN-81/C-04530/01 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach kwas-zasada (alkacymetrycznych)

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

PN-89/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

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

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

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

PN-88/C-04953 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu metodą fotometrii płomieniowej

PN-88/C-80047 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Ogólne wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-88/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-89/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

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

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCH do odczynników chemicznych

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

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładunku i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładunku wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

4. Zalecenia międzynarodowe i normy zagraniczne.

RWPG PC 8969-73 Реактивы Кальций хлористый кристаллический

NRD TGL 9575 Calciumchlorid — 6 — hydrat

CSRS ČSN 684819 Chlorid vapanaty krystalický

Węgry MSZ 24141-75 Kalcium — klorid krystalowy

5. Autorzy projektu normy — mgr inż. Helena Czepelak PPH Polskie Odczynniki Chemiczne — Gliwice, inż. Helena Marciniak-Nowak, Krystyna Wesołowska, Barbara Patyk — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne — Inowrocław-Mątwy.