

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-88
	Odczynniki Chlorek magnezowy		6191-06
			Zamiast BN-63/6191-06
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek magnezowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek magnezowy ma:

- wzór ogólny $MgCl_2 \cdot 6H_2O$,
- masę molową — 203,33 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku magnezowego cz.d.a.:

CHLOREK MAGNEZOWY cz.d.a. BN-88/6191-06

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek magnezowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, rozpuszczających się na powietrzu, 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 magnezowego ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) %(m/m), nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
c) Wolnych kwasów (jako HCl), %(m/m), nie więcej niż	0,0009	0,0045
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %(m/m), nie więcej niż	0,003	0,005
e) Azotu ogólnego (N), %(m/m), nie więcej niż	0,001	0,005

c.d. tabl. 1.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Fosforanów (PO_4^{3-}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,002
g) Metali ciężkich (jako Pb^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
h) Żelaza (Fe^{3+}), %(m/m), nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Cynku (Zn^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,003	0,005
j) Baru (Ba^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,002	0,005
k) Wapnia (Ca^{2+}), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,02
l) Potasu (K^+), %(m/m), nie więcej niż	0,008	0,02
ł) Sodiu (Na^+), %(m/m), nie więcej niż	0,005	0,01
m) Arsenu (As), %(m/m), nie więcej niż	0,00005	0,0001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe stanowią słoje 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: 250, 500, 1000 g.

W uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 i PN-76/O-79251.

Zgłoszona przez PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 maja 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz 31)

4.2.3. Opakowania transportowe stanowią skrzynki z tarcicy wg BN-63/7161-06 odporne na narażenia mechaniczne, sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy 3 i odmiany 1.

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-81/M-78216. Ładunek na paletce należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył z paletą zwartą stabilną jednostkę ładunkową i nie powinien być wyższy niż 1,75 m.

4.4. Przechowywanie. Chlorek magnezowy należy przechowywać zgodnie z PN-87/C-80001 w magazynach suchych, o zawartości wilgoci poniżej 50%, dobrze wentylowanych, w temperaturze 15 ÷ 30°C. Okres gwarancji — 1 rok. Liczba warstw w przechowywaniu — 3.

4.5. Transport. Chlorek magnezowy nie jest materiałem niebezpiecznym wg RID/ADR, może być transportowany dowolnymi środkami transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami kolejowymi i samochodowymi¹⁾. Liczba warstw w transporcie — 2.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości chlorku magnezowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- oznaczanie zawartości fosforanów (3.2f),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2h),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2i),
- oznaczanie zawartości baru (3.2j),
- oznaczanie zawartości wapnia (3.2k),
- oznaczanie zawartości potasu (3.2l),
- oznaczanie zawartości sodu (3.2m),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2n).

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-88/C-80047, próbkę odczynnika cz. należy pobierać zgodnie z PN-67/C-04500 przyjmując:

- 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.

5.3. Opis badań

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

5.3.2. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Wygląd zewnętrzny chlorku magnezowego sprawdzić wizualnie. Rozpuszczalność chlorku magnezowego sprawdzić w następujący sposób: 5 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, powinno rozpuścić się w 10 ml wody (w temperaturze około 20°C) oraz w 20 ml alkoholu etylowego 96%(V/V).

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorku magnezowego (MgCl₂ · 6H₂O).

5.3.3.1. Zasada metody. Metoda polega na miareczkowym oznaczaniu zawartości magnezu roztworem wersenianu dwusodowego wobec wskaźnika czerni eriochromowej T.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Czerni eriochromowa T, wskaźnik przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.6.9.

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

c) Roztwór buforowy o pH = 10 przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 25 ml otrzymanego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml, dodać 10 ml roztworu buforowego oraz niewielką ilość wskaźnika czerni eriochromowej T.

Miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy roztworu z czerwonej na czystoniebieską.

5.3.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość chlorku magnezowego (X) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X = \frac{0,010166 \cdot V \cdot 100 \cdot 250}{25 \cdot m} = \frac{10,166 \cdot V}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

m — masa badanej próbki chlorku magnezowego, g,

0,010166 — ilość chlorku magnezowego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{Na}_2\text{EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$.

5.3.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,2%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 200 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,

dla odczynnika cz. — 5,0 mg.

Przesącz wraz z pierwszą wodą z przemywania osadu uzupełnić wodą do objętości 250 ml i pozostawić do następnych oznaczeń jako roztwór A wg p. 5.3.10 i 5.3.12.

5.3.5. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (jako HCl)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy roztwór mianowany $c(\text{NaOH}) = 0,0100 \text{ mol/l}$ przygotowany wg PN-81/C-04530/01 p. 2.3 i rozcieńczony wodą,

b) Błękit bromotymolowy około 0,1%(m/V) roztwór alkoholowy przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.3.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 20 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 60 ml wody. Do roztworu dodać 2 krople roztworu błękitu bromotymolowego i miareczkować, (dodając kroplami z mikrobiurety) roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy roztworu z żółtej na niebieską.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się roztworu wodorotlenku sodowego najwyżej:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,5 ml,

dla odczynnika cz. — 2,5 ml.

1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l} = 0,00036 \text{ g}$ kwasu solnego.

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 46 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.5.3.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie badanego roztworu powstałe po upływie 1 h nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. 0,03 mg SO_4^{2-} ,

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

5.3.7. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

5.3.7.1. Aparatura — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w kolbie aparatu destylacyjnego w 150 ml wody. Dalej oznaczenie wykonać wg PN-81/C-04527 p. 2.4.4.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego porównywane w jednakowych cylindrach z jednakowego szkła nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg N,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg N.

5.3.8. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO_4^{3-})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04503 p. 2.3.3.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04503 p. 2.3.5. Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg PO_4^{3-} ,

dla odczynnika cz. — 0,04 mg PO_4^{3-} .

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

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Gliceryna.

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

c) Octan amonowy.

d) Tioacetamid roztwór 4%(m/m), trwały przez 3 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 ml roztworu kwasu solnego, 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 poz. e), 5 ml wody, 20 ml gliceryny i dobrze wymieszać.

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

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+} .

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego chlorku magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 15 ml wody, dodać 5,0 ml roztworu buforowego wg 5.3.9.1 f) i wymieszać.

Następnie dodać 3,0 ml ogrzanego odczynnikowego roztworu tioacetamidu wg 5.3.9.1 h), wymieszać i porównać powstałe ściemnienie po upływie 2 min.

Badany chlorek magnezowy 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+} .

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

5.3.10.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04521/03 p. 4.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 25 ml (= 5,0 g) roztworu A przygotowanego wg 5.3.4 i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04521/03 p. 7.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Fe^{3+} ,
dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.3.11. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.11.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z cynkową katodą wnątkową.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy o $\rho(HNO_3) = 1,15$ g/ml oraz o $c(HNO_3) = 0,001$ mol/l.

b) Roztwór wzorcowy roboczy cynku (Zn^{2+}) przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego $d = (1,15)$ g/ml przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 1 ml roztworu zawiera $1,10^{-3}$ g Zn^{2+} . Roztwór rozcieńczyć w stosunku $1 \div 99$ roztworem kwasu azotowego o $c(HNO_3) = 0,001$ mol/l (1 ml otrzymanego roztworu zawiera $1,10^{-5}$ g Zn^{2+}).

5.3.11.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowopowietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Cynk należy oznaczać przy długości fali 213,9 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.11.4. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności po 100 ml wprowadzić kolejno 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10 ml roztworu wzorcowego roboczego cynku, uzupełnić roztworem kwasu azotowego o $c = 0,001$ mol/l do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie cynku

w poszczególnych kolbach wynosi $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Wykonać pomiar absorbancji cynku w tak przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.11.5. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku magnezu odważonego z dokładnością do 0,01 g przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Wykonać pomiar absorbancji tak przygotowanego roztworu w warunkach identycznych, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość cynku (X_1) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m_1} \quad (2)$$

w którym:

C_1 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_1 — objętość próbki przygotowanej do pomiaru, ml,

m_1 — masa badanego chlorku magnezowego, g.

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

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy roztwór mianowany $c(H_2SO_4) = 1$ mol/l.

b) 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+} .

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. Do 10 ml (= 2 g) roztworu A przygotowanego wg 5.3.4, dodać 10 ml wody, 2 ml kwasu siarkowego i odstawić na 1 h.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze niż zmętnienie powstałe w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg Ba^{2+} ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Ba^{2+} .

5.3.13. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+})

5.3.13.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa z wapniową katodą wnątkową.

5.3.13.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy o $\rho(H_2SO_4) = 1,84$ g/ml.

b) Roztwór wzorcowy wapnia (Ca^{2+}) przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.6.6. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ca^{2+} .

5.3.13.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu. Wapń należy oznaczać przy długości fali 422,7 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.13.4. Przygotowywanie skali wzorców i sporządzanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności po 100 ml dodać po około 10 ml wody

i po 0,3 ml kwasu siarkowego oraz kolejno 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 oraz 0,6 ml roztworu wzorcowego Ca^{2+} , uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie wapnia w poszczególnych kolbach wynosi $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Wykonać pomiar absorbancji wapnia w tak przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.13.5. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chloru magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g wprowadzić do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Wykonać pomiar absorbancji tak przygotowanego roztworu w warunkach podanych w 5.3.13.3.

Zawartość wapnia (X_2) obliczyć $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{C_2 \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

C_2 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V_2 — objętość próbki przygotowanej do pomiaru, ml,

m_2 — masa badanego chloru magnezowego, g.

5.3.14. Oznaczanie zawartości sodu Na^+ i potasu K^+

5.3.14.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

5.3.14.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy sodu przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4d). 1 ml przygotowanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .

b) Roztwór wzorcowy potasu przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e). 1 ml przygotowanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g K^+ .

c) Roztwór wzorcowy roboczy sodu Na^+ i potasu K^+ przygotowany przez wprowadzenie do kolby pomiarowej pojemności 100 ml po 10 ml roztworów wzorcowych przygotowanych wg 5.3.14.2a) i b), dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera po $1 \cdot 10^{-4}$ g Na^+ i K^+ .

5.3.14.3. Wykonanie oznaczania. 10 g badanego chloru magnezowego odważonego z dokładnością do 0,01 g umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B) (V_3).

Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić po 20 ml roztworu B (V_4) oraz kolejno

0; 1,0; 2,0 i 4,0 ml roztworu wzorcowego roboczego przygotowanego wg 5.3.14.2 c), uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (V_5).

Stężenia (dodatki wzorca) sodu oraz 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.

Następnie wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.5. Zawartość sodu Y_I oraz potasu Y_{II} obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$Y_{I,II} = \frac{\sum Y_n}{n} \quad (4)$$

$$Y_n = \frac{A_0 \cdot C_n \cdot V_3 \cdot V_5 \cdot 100}{(A_n - A_0) m_3 \cdot V_4} \quad (5)$$

w którym:

$n = 1, 2, 3$,

A_0 — wskazanie miernika przyrządu przy rozpylaniu roztworu próbki bez dodatku wzorca,

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

c_n — stężenie dodatku, g/ml,

V_3 — objętość roztworu, w którym rozpuszczano masę próbki, ml,

V_4 — objętość roztworu pobranego z V_3 , ml,

V_5 — objętość roztworu, do której rozcieńczono V_4 , ml,

m_3 — masa badanej próbki, g.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną otrzymanych wyników, przy czym różnica między nimi nie powinna być większa niż $\pm 10\%$ wartości średniej.

5.3.15. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.15.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2.

5.3.15.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3.

5.3.15.3. Wykonanie oznaczania. 5 g badanego chloru magnezowego odważyć z dokładnością do 0,01 g i wykonać oznaczanie wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie papierka bromortęciowego uzyskane z badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienia papierka bromortęciowego uzyskanego z roztworu porównawczego zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników, oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg As,

dla odczynnika cz. — 0,005 mg As.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6191-06

a) zaostrożono wymagania na zawartość: siarczanów, cynku, potasu i sodu dla gat. cz.d.a. i cz.

b) wprowadzono oznaczanie zawartości cynku, wapnia metodą spektrometrii absorpcji atomowej,

c) znowelizowano metody badań.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-82/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

PN-80/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącalnych siarkowodorem

PN-54/C-04517 Analiza chemiczna. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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

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

PN-81/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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

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

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczną metodą oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

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

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

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

PN-88/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-78/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-84/6833-23 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 ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz.T. i Z.K. nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV). (Dz.T. i Z.K. nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

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 Nr 35 poz. 250 z 1968 r.).

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 5231-75 Реактивы. Магний хлористый

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

6. Autor projektu normy — mgr inż. Helena Czepelak, mgr Zofia Pacuła — PPH POLSKIE ODCZYNNIKI CHEMICZNE, Gliwice.