wycof 1.05.89
13/88 p 31
ob. 88/6191-06

6035

UKD 543-4:546.461.31

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki **Chlorek magnezowy**	BN-63 6191-06 Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek magnezowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek magnezowy ma:

a/ wzór chemiczny - $MgCl_2 \cdot 6H_2O$,

b/ ciężar cząsteczkowy - 203,33.

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku magnezowego, oznaczone:

cz.d.a. - czysty do analizy,

cz. - czysty.

1.3. Przykład oznaczenia chlorku magnezowego gatunku cz.d.a.:

CHLOREK MAGNEZOWY cz.d.a. BN-63/6191-06

1.4. Normy związane

PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN/C-04515 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem w produktach chemicznych

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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

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

PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Chlorek magnezowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, rozpływających się w powietrzu, rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu etylowym 90-procentowym.

Nakład uznowiony, uwzględnia zmiany i poprawki wprowadzone do dnia 21.IX.1966 r. (Wyd. II)

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 15 listopada 1963 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 14 lutego 1964 r.
(Mon. Pol. nr 11/1964 poz. 52)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 0,62 Nakł. 2500+134 Zam. 3190/66 Cena zł 3,60

20,-

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a/ Tożsamość	wg 4.2.1	
b/ Zawartość chlorku magnezowego ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), %, co najmniej	99,0	98,0
c/ Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,005	0,01
d/ Zawartość wolnych kwasów (jako HCl), %, najwyżej	0,0009	0,0045
e/ Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,005	0,01
f/ Ogólna zawartość azotu (N_2), %, najwyżej	0,001	0,005
g/ Zawartość fosforanów (PO_4^{3-}), %, najwyżej	0,0005	0,002
h/ Zawartość metali ciężkich (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,0005	0,001
i/ Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,0005	0,001
j/ Zawartość cynku (Zn^{2+}), %, najwyżej	0,005	0,01
k/ Zawartość baru (Ba^{2+}), %, najwyżej	0,002	0,005
l/ Zawartość wapnia (Ca^{2+}), %, najwyżej	0,005	0,02
ł/ Zawartość potasu (K^+), %, najwyżej	0,01	0,05
m/ Zawartość sodu (Na^+), %, najwyżej	0,01	0,05
n/ Zawartość arsenu (As), %, najwyżej	0,00005	0,0001

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Chlorek magnezowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001, rodzaj opakowania wg p. 2.2 b/ typ laboratoryjny. Masa netto: 250, 500 i 1000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Średnią próbkę laboratoryjną przygotować w ilości co najmniej 530 g zgodnie z PN/C-80047.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzanie tożsamości

4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

a/ Chlorek amonowy cz.

b/ Amoniak cz., roztwór 10-procentowy.

c/ Fosforan dwusodowy cz., roztwór 10-procentowy.

d/ Azotan srebra cz., roztwór 0,1n.

4.2.1.2. Wykonanie badania

a/ Wodny roztwór chlorku magnezowego po dodaniu nadmiaru chlorku amonowego i następnie amoniaku daje przeźroczystą ciecz, z której po dodaniu roztworu fosforanu sodowego wydziela się biały krystaliczny osad.

b/ Z wodnego roztworu chlorku magnezowego po dodaniu roztworu azotanu srebra wydziela się biały serowaty osad, nierozpuszczalny w rozcieńczonym kwasie azotowym, rozpuszczalny w amoniaku.

4.2.2. Oznaczanie zawartości chlorku magnezowego

4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a/ Wersenian sodowy cz.d.a., roztwór 0,01m.

b/ Bufor amoniaku (pH=10) przyrządzony w następujący sposób: 54 g chlorku amonowego cz.d.a. rozpuścić w 3300 ml wody, dodać 350 ml amoniaku (0,9) i uzupełnić wodą do objętości 1000 ml.

c/ Czerń eriochromowa T przygotowana w następujący sposób: 50 mg czerni eriochromowej T rozetrzeć dokładnie w porcelanowym moździerzu z 10 g chlorku sodowego cz.d.a.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku magnezowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml. Objętość kolby uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. 10 ml otrzymanego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 ml, dodać 10 ml buforu oraz niewielką ilość wskaźnika. Miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy wskaźnika z czerwonej na czysto niebieską.

Zawartość chlorku magnezowego obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0{,}002033 \cdot V \cdot 100 \cdot 250}{10\,m} = \frac{5{,}0825 \cdot V}{m}$$

w którym:

0,002033 - ilość chlorku magnezowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,01m wersenianu dwusodowego, g,

V - objętość wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania próbki, ml,

m - odważka chlorku magnezowego, g.

4.2.3. 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 oznaczanie 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 przechować do następnych oznaczań (roztwór A).

4.2.4. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (jako HCl)

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a/ Wodorotlenek potasowy cz.d.a.,roztwór 0,05n.

b/ Błękit bromotymolowy, 0,04-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 20 g badanego chlorku magnezowego, odważonego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 60 ml wody. Do roztworu dodać 2 krople roztworu błękitu bromotymolowego i zmiareczkować, dodając kroplami z mikrobiurety roztworu wodorotlenku potasowego do zmiany barwy wskaźnika.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do zmiareczkowania zużyto roztworu wodorotlenku potasowego najwyżej:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 ml,

dla odczynnika cz. - 0,25 ml.

1 ml 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego odpowiada 0,0036 g kwasu solnego.

4.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}). 1 g badanego chlorku magnezowego, odważonego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04519 sposobem A.

4.2.6. Oznaczanie zawartości ogólnego azotu (N_2)

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy, nie zawierający soli amonowych, przygotowany wg PN/C-06501.

b/ Stop Devardy cz.d.a.

c/ Kwas siarkowy cz.d.a. (1,83), roztwory: 1+3 i 0,1n roztwór.

d/ Odczynnik Nesslera, przygotowany wg PN/C-06501.

e/ Roztwór wzorcowy zawierający azot (N_2), przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg N_2.

4.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku magnezowego, odważonego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 80 ml wody w kolbie aparatu destylacyjnego, dodać 1 g stopu Devardy, kolbę połączyć przez łapacz kropel z chłodnicą zakończoną przedłużaczem zanurzonym w odbieralniku, zawierającym 5 ml 0,1n kwasu siarkowego i 35 ml wody. Odbieralnik zabezpieczyć od możliwości pochłaniania soli amonowych z otoczenia za pomocą płuczki ochronnej zawierającej roztwór kwasu siarkowego (1+3). Przez lejek umieszczony w korku kolby destylacyjnej, zamykany za pomocą kurka zaciskacza, wlać 20 ml roztworu wodorotlenku sodowego i pozostawić na 1 godz, po czym oddestylować z kolby 50 ml cieczy do odbieralnika. Roztwór z odbieralnika uzupełnić wodą do 100 ml, odmierzyć z niego 50 ml, przelać do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego i 2 ml odczynnika Nesslera.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu, porównywane w jednakowych cylindrach z jednakowego szkła, nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości roztworu wodorotlenku sodowego i odczynnika Nesslera. Roztwór porównawczy należy przygotować w analogiczny sposób jak roztwór badany, z tym że do kolby aparatu destylacyjnego wlać 80 ml roztworu zawierającego:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg N_2,

dla odczynnika cz. - 0,1 mg N_2.

Dalej postępować jak przy badanej próbce.

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

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

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

b/ Odczynnik nr 1 przygotowany w następujący sposób: 5 g molibdenianu amonowego cz.d.a. rozpuścić na zimno w 100 ml 1n kwasu siarkowego.

c/ Odczynnik nr 2, przygotowany w następujący sposób: 0,2 g siarczanu N-metylo-p-aminofenolu (metol) oraz 20 g pirosiarczynu potasowego rozpuścić na zimno w 100 ml wody. Okres trwałości odczynnika wynosi 2 tygodnie.

d/ Roztwór wzorcowy zawierający jony PO_4^{3-}, przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg PO_4^{3-}.

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku magnezowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody. Do roztworu dodać 3 ml kwasu siarkowego i po 1 ml odczynnika nr 1 i 2, po czym roztwór umieścić na 10 min na łaźni wodnej o temperaturze 60°C.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli niebieskie zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu wzorcowego, przygotowanego równocześnie w identyczny sposób 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-}.

4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb^{2+}). Odmierzyć 25 ml roztworu A przygotowanego wg 4.2.3 i wykonać oznaczanie wg PN/C-04515. Do roztworów porównawczych dodać:

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

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

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

4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

b/ Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 4n.

c/ Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 4n.

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

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 25 ml roztworu A przygotowanego wg 4.2.3 dodać 0,5 ml kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia, ochłodzić i przenieść do cylindra pojemności 50 ml z doszlifowanym korkiem szklanym, dodać 2 ml roztworu kwasu siarkowego, 4 ml roztworu rodanku amonowego, uzupełnić roztwór wodą do objętości 50 ml i wymieszać.

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 kwasu azotowego, siarkowego, roztworu rodanku amonowego oraz:

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

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

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

4.2.10.1. Odczynniki i roztwory

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

b/ Żelazocyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy świeżo przygotowany.

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

4.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku magnezowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 15 ml wody, dodać 1 ml kwasu solnego i 0,3 ml roztworu żelazocyjanku potasowego.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 10 min powstała opalizacja w roztworze badanym nie będzie silniejsza od opalizacji powstałej w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

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

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

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

4.2.11.1. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.

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

4.2.11.2. Wykonanie oznaczania. Do 10 ml roztworu A przygotowanego wg 4.2.3 dodać 10 ml wody, 2 ml kwasu siarkowego i odstawić na 1 godz.

Badany chlorek magnezowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze od zmętnienia powstałego w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości 2 ml kwasu siarkowego oraz:

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

4.2.12. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca^{2+}) należy wykonać za pomocą fotometru płomieniowego.

4.2.13. Oznaczanie zawartości potasu (K^{+}) należy wykonać za pomocą fotometru płomieniowego.

4.2.14. Oznaczanie zawartości sodu (Na^{+}) należy wykonać za pomocą fotometru płomieniowego.

4.2.15. Oznaczanie zawartości arsenu (As) 10 g badanego chlorku magnezowego odważyć z dokładnością do 0,001 g i wykonać oznaczanie wg PN/C-04511. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg As,
dla odczynnika cz. - 0,01 mg As.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości kationów metodą spektrograficzną.

K O N I E C

Szkoła Inżynierska BIBLIOTEKA Bydgoszcz
893
3556