

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6191-121
	Chlorek wapniowy krystaliczny	Grupa katalogowa X 51 <sup>1)</sup>

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** 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 cząsteczkową 219,09

### 1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.

Chlorek wapniowy sześciowodny stosowany jest jako odczynnik chemiczny oraz w przemysłach: poligraficznym, spożywczym (mleczarstwo), fotochemicznym, bioweterynaryjnym, chemicznym i innych.

### 1.3. Normy związane

PN-67/C-01055 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Wytyczne wykonywania badań

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

BN-72/6414-02 Opakowania jednostkowe z tworzyw sztucznych. Torby z folii polietylenowej

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1331-425, 1331-72, 73, 1331-75, 76

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń chlorek wapniowy krystaliczny dzieli się na 2 gatunki o oznaczeniach:

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

**2.2. Przykład oznaczenia** chlorku wapniowego krystalicznego czystego do analizy:

CHLOREK WAPNIOWY KRYSZTALICZNY  
cz.d.a. BN-73/6191-121

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Chlorek wapniowy krystaliczny powinien mieć postać bezbarwnych, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, rozpuszczalnych w wodzie. Temperatura topnienia — 29,9°C.

**3.2. Wymagania chemiczne** — wg tablicy na str. 2.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Chlorek wapniowy należy pakować zgodnie z PN-70/C-80001.

### 4.1.1. Rodzaje opakowań

a) Słoiki z nakrętką z tworzywa sztucznego o masie netto: 150, 200, 400, 1000, 1500, 2000 g, uszczelnione podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego, albo polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

b) Torby polietylenowe wg BN-72/6414-02 o masie netto: 1000 g, 2000 g.

c) Worki polietylenowe umieszczone w czterowarstwowych workach papierowych o masie netto 50 kg.

Inowrocławskie Zakłady Sodowe  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego  
dnia 7 listopada 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu  
od dnia 1 lipca 1974 r. (Dz. Norm. i Miar nr 46/1973 poz. 134)

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.1)
a) Chlorku wapniowego jako $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , %, nie mniej niż	98	97
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Baru ( $\text{Ba}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
e) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005
f) Metali ciężkich jako $\text{Pb}^{2+}$ , %, nie więcej niż	0,0005	0,001
g) Magnezu i metali alkalicznych oznaczanych jako siarczany, %, nie więcej niż	0,3	0,6
h) Kwasowości jako $\text{HCl}$ , %, nie więcej niż	0,004	0,007

1) Dla przemysłu mleczarskiego i innych odbiorców, zgodnie z porozumieniem, dostarcza się chlorek wapniowy w roztworze o zawartości  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  57,5÷62,5%, a zawartość zanieczyszczeń wg b)÷h) włącznie — w przeliczeniu na 100%  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

Oznaczenia wg c), d), f), g) wykonuje się tylko dla przemysłu spożywczego, bioweterynaryjnego i fotochemicznego.

Chlorek wapniowy w postaci roztworu należy pakować w balony szklane pojemności 40 dm<sup>3</sup>, zamknięte korkiem szklanym, zabezpieczone dodatkowo kapturem z folii polietylenowej. Balony szklane należy umieszczać w koszach z drutu. Dno i boki balonów powinny być obłożone wełną drzewną lub innym materiałem.

Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się stosowanie innej wielkości i rodzaju opakowania zabezpieczającego produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowanie.

Wymiary opakowań powinny być zgodne z PN-64/O-79021.

Jako opakowania transportowe należy stosować: dla chlorku w torbach polietylenowych — worki papierowe, dla chlorku w słojach — skrzynki drewniane. Dopuszcza się stosowanie jako opakowania transportowego dla chlorku w słojach, koszy metalowych odpowiednio zabezpieczonych od spodu, z boków oraz od góry.

#### 4.1.2. Znakowanie — wg PN-70/C-80001.

W przypadku stosowania toreb polietylenowych nalepki należy umieszczać w oddzielonej od chlorku części torby.

Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić znak ostrzegawczy i napis:

Produkt przechowywać w temperaturze  
najwyżej 25°C

**4.2. Przechowywanie.** Chlorek wapniowy krystaliczny należy przechowywać zgodnie z PN-70/

C-80001. Temperatura przechowywania nie może przekroczyć 25°C.

**4.3. Transport.** Przy transporcie należy stosować zasady podane w PN-70/C-80001.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości chlorku wapniowego,
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie zawartości siarczanów,
- oznaczanie zawartości baru,
- oznaczanie zawartości żelaza,
- oznaczanie zawartości metali ciężkich jako  $\text{Pb}^{2+}$ ,
- oznaczanie zawartości magnezu i metali alkalicznych jako siarczany,
- oznaczanie kwasowości.

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Wielkość próbki laboratoryjnej dla chlorku wapniowego krystalicznego — 500 g, dla chlorku wapniowego w postaci roztworu — 1 dm<sup>3</sup>.

Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać w ciągu 6 miesięcy od daty wysyłki z zakładu.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Uwagi ogólne.** Przy wykonywaniu badań należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-01055. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii — wg PN-68/C-06500.

**5.3.2. Przygotowanie roztworu do badań.** Należy odważyć 40,00 g badanego chlorku wapniowego krystalicznego, a w przypadku roztworu — ilość odpowiadającą 40,00 g 100%  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

Po rozpuszczeniu odważek w wodzie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Przesączyć przez suchy sączełkę odrzucając pierwszą partię przesącza, pozostały przesącze zachować do wykonania oznaczeń siarczanów, baru, żelaza, metali ciężkich jako ołów, magnezu i metali alkalicznych jako siarczany.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorku wapniowego**

#### 5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Czerwień metylowa, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.
- Kwas solny, roztwór 1n.
- Tymolftalekson, roztwór wodny 0,5-procentowy.

d) Wodorotlenek potasowy, roztwór 2n.

e) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,05n, dla którego poprawkę miana należy ustalić na podstawie wzorcowego roztworu 0,1n chlorku wapniowego przygotowanego z węglanu wapniowego i kwasu solnego, sprawdzonego wagowo dla każdej serii odczynników. Postępowanie przy ustaleniu poprawki miana — jak przy wykonaniu oznaczania p. 5.3.3.2.

Poprawkę miana obliczyć wg wzoru

$$P = \frac{25 \cdot P_1}{V}$$

w którym:

- 25 — objętość 0,1n roztworu wapnia pobrana do ustalenia poprawki miana 0,05m roztworu wersenianu, cm<sup>3</sup>,
- P<sub>1</sub> — poprawka miana dla 0,1n roztworu wzorcowego chlorku wapnia ustalona wagowo,
- V — objętość 0,05m roztworu wersenianu zużyta do miareczkowania 25 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu chlorku wapnia, cm<sup>3</sup>.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** W naczynku wagowym zaopatrzonym w pokrywkę odważyć około 5,000 g chlorku wapniowego krystalicznego, natomiast w przypadku roztworu — około 10,000 g. Odważki przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, uzupełnić objętość do kreski wodą i wymieszać. Z przygotowanego roztworu pobrać do oznaczania 25 cm<sup>3</sup>, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 200 cm<sup>3</sup> wody, 1 kroplę roztworu czerwieni metylowej, następnie dodać ostrożnie kwasu solnego do zmiany barwy roztworu na różową, 5 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku potasu, 10 kropeł roztworu tymolfaleksonu i miareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany barwy z błękitnej na szarą (dopuszcza się odcień fioletowy). Należy wykonać próbę ślepa z wszystkimi odczynnikami jak przy próbie badanej i zużyte cm<sup>3</sup> wersenianu odjąć od zużytych cm<sup>3</sup> przy próbie badanej.

Zawartość chlorku wapniowego (X<sub>1</sub>) należy obliczyć, w %, wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot P \cdot 0,0109545 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25} = \frac{(V - V_1) \cdot P \cdot 21,909}{m}$$

w którym:

- V — objętość 0,05m roztworu wersenianu zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- V<sub>1</sub> — objętość 0,05m roztworu wersenianu zużyta do miareczkowania próby ślepej, cm<sup>3</sup>,
- P — poprawka miana 0,05m roztworu wersenianu obliczona wg 5.3.3.1e),

m — odważka badanego chlorku wapniowego, g.

0,0109545 — ilość CaCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,05m roztworu wersenianu, g.

**5.3.3.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5% błędu względnego w stosunku do wyniku mniejszego.

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

**5.3.4.1. Wykonanie oznaczania.** Do oznaczania należy odważyć 50,00 g chlorku wapniowego krystalicznego, a w przypadku roztworu ilość odpowiadającą 50,00 g 100% CaCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O. Ilość wody do rozpuszczenia stanowi uzupełnienie do 150,00 g. Po rozpuszczeniu odważki w wodzie roztwór należy wygrzać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej, następnie przesączyć przez uprzednio wysuszony w temperaturze 105 ± 5°C szklany tygiel z dnem porowatym G-4, przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na jon Cl (próba z roztworem azotanu srebra), wysuszyć w temperaturze 105 ± 5°C do stałej masy, ostudzić i zważyć.

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

- dla chlorku wapniowego krystalicznego cz.d.a. — 2,5 mg,
- dla chlorku wapniowego krystalicznego cz. — 5,0 mg.

**5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów.** Oznaczanie wykonać zgodnie z PN-68/C-04519 p. 2.4.3, odmierzając do oznaczania 5 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego w 5.3.2. Roztwór badany oraz porównawczy przed dodaniem odczynników należy uzupełnić wodą do objętości 46 cm<sup>3</sup>. Oznaczanie należy wykonać w cylindrach Nesslera pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Do roztworu porównawczego dodać:

- dla chlorku wapniowego krystalicznego cz.d.a. — 0,1 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,
- dla chlorku wapniowego krystalicznego cz. — 0,2 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

oraz te same ilości odczynników jak przy próbie badanej.

#### 5.3.6. Oznaczanie zawartości baru

##### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Dwuchromian potasowy, roztwór 10-procentowy.
- b) Kwas octowy lodowaty.
- c) Octan sodowy, roztwór 30-procentowy.
- d) Roztwór zawierający jony Ba<sup>2+</sup> przygotowa-

ny wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1+99. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ba<sup>2+</sup>.

e) Roztwór chlorku wapnia nie zawierający baru: 20 g chlorku wapniowego, CaCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody, dodać 15 cm<sup>3</sup> octanu sodowego, 0,3 cm<sup>3</sup> kwasu octowego i 10 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchromianu potasowego, uzupełnić objętość do 100 cm<sup>3</sup> i odstawić na 8÷10 godz. W przypadku wytrącenia osadu przesączyć przez twardy sączek.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** Do oznaczania odmierzyć 5 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego wg 5.3.2, przenieść do cylindra Nesslera pojemności 50 cm<sup>3</sup>, dodać 25 cm<sup>3</sup> wody, 3 cm<sup>3</sup> octanu sodowego, 1 kroplę kwasu octowego i po 10 min 2 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchromianu potasowego. Badany chlorek odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym w ciągu 15 min nie będzie większe od zmętnienia powstałego w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości:

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz.d.a. — 0,1 mg Ba<sup>2+</sup>,

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz. — 0,2 mg Ba<sup>2+</sup>

oraz 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku wapniowego nie zawierającego Ba<sup>2+</sup> i odczynniki jak przy próbie badanej.

**5.3.7. Oznaczanie zawartości żelaza.** Oznaczanie należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04521 p. 2.5.5, odmierzając do oznaczania 25 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego wg 5.3.2, do którego dodać 0,5 cm<sup>3</sup> 25-procentowego roztworu kwasu solnego. Oznaczanie wykonać w cylindrach Nesslera pojemności 50 cm<sup>3</sup> bez dodatku alkoholu izoamyłowego.

Do roztworów porównawczych dodać:

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz.d.a. — 0,02 mg Fe<sup>3+</sup>,

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz. — 0,05 mg Fe<sup>3+</sup>.

**5.3.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich jako Pb<sup>2+</sup>.** Oznaczanie należy wykonać wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1, pobierając do oznaczania 25 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego wg 5.3.2. Oznaczanie należy wykonać w cylindrach Nesslera pojemności 50 cm<sup>3</sup>.

Do roztworów porównawczych dodać:

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz.d.a. — 0,05 mg Pb<sup>2+</sup>,

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz. — 0,1 mg Pb<sup>2+</sup>.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości magnezu i metali alkalicznych oznaczanych jako siarczany

#### 5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, roztwór 10-procentowy.

b) Czerwień metylowa, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.

c) Kwas solny, roztwór 25-procentowy.

d) Kwas siarkowy, roztwór 96-procentowy.

e) Szczawian amonowy, roztwór 4-procentowy.

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** Odmierzyć półmikropipetą 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu przygotowanego wg 5.3.2, dodać 12,5 cm<sup>3</sup> wody, 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ogrzać do wrzenia. Następnie dodać 20 cm gorącego roztworu szczawianu amonowego, 2 krople czerwieni metylowej, amoniaku do zmiany barwy na żółtą i odstawić na 4 godz. Objętość uzupełnić wodą do 40 cm<sup>3</sup> i przesączyć przez suchy twardy sączek, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Do oznaczania pobrać 20 cm<sup>3</sup> klarownego przesączu, przenieść do uprzednio wyprażonej i zważonej parownicy kwarcowej, dodać 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, odparować najpierw na łaźni wodnej a następnie do sucha na łaźni piaskowej. Parownicę z osadem wyprażyć w temperaturze 800°C do stałej masy. Jednocześnie należy wykonać ślepią próbę z tymi samymi odczynnikami i przy obliczaniu uwzględnić poprawkę.

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

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz.d.a. — 1,5 mg,

— dla chlorku wapniowego krystalicznego cz. — 3,0 mg.

#### 5.3.10. Oznaczanie kwasowości

##### 5.3.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,1n.

c) Woda destylowana nie zawierająca CO<sub>2</sub>, przygotowana wg PN-68/C-06500.

**5.3.10.2. Wykonanie oznaczania.** Do oznaczania należy odważyć 5,00 g chlorku wapniowego krystalicznego, a w przypadku roztworu — ilość odpowiadającą 5,00 g 100% CaCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody, dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować z mikrobiurety wodorotlenkiem sodowym do wystąpienia słabo różowego zabarwienia.

Kwasowość jako HCl (X<sub>2</sub>) należy obliczyć, w %, wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,00365 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 0,365}{m}$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodu zużyta do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,  
 0,00365 — ilość kwasu solnego odpowiadająca

1  $\text{cm}^3$  ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodu, g,

m — odważka badanego chlorku wapniowego, g.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-121

##### 1. Istotne zmiany w stosunku do PN-55/C-80073

a) wprowadzono do normy chlorek wapniowy w roztworze,

b) do oznaczania zawartości  $\text{CaCl}_2$  wprowadzono wskaźnik tymolftalekson z przepisem wykonania wg projektu zlecenia PC na chlorek wapniowy techniczny oraz OST 450-70 (chlorek wapniowy techniczny),

c) wprowadzono oznaczanie  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  i metali ciężkich jako  $\text{Pb}^{2+}$  wg norm związanych będących wdrożeniem zaleceń PC,

d) oznaczanie  $\text{Ba}^{2+}$  dostosowano do zalecenia PC,

e) oznaczanie Mg i metali alkalicznych oparto na przepisie podanym w FP IV i podwyższono zawartość w gatunku cz.d.a. i cz. o 0,1%,

f) podwyższono zawartość  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  w gatunku cz.d.a. o 3%, w gatunku cz. — o 2%.

Dotychczas obowiązująca PN-55/C-80073 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1974 r.

##### 2. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 2677/70 Реактивы. Кальций хлористый кристаллический

— norma częściowo zgodna, przy czym wprowadzono następujące zmiany:

a) podwyższono zawartość  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  w gatunkach cz.d.a. i cz. o 2%;

b) obniżono kwasowość w gatunku cz.d.a. o 0,006%, w gatunku cz. — o 0,013%;

c) podwyższono zawartość Mg i metali alkalicznych (jako siarczany) w gatunku cz.d.a. i cz. o 0,1%;

d) w zakresie metod badań wprowadzono zasadnicze zmiany:

— przy oznaczaniu  $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  zamiast wskaźnika mureksydu zastosowano tymolftalekson,

— przy oznaczaniu Mg i metali alkalicznych — metoda zbliżona, lecz o 50% mniej pracochłonna,

— przy oznaczaniu Fe zastosowano sączenie roztworu do badania.