

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA		BN-70
	Węglan strontowy techniczny		6016-25
			Grupa katalogowa X 14
Strontium carbonate	Strontium carbonate	Стронций углекислый	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węglan strontowy techniczny, którego głównym składnikiem jest związek o wzorze SrCO_3 .

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Węglan strontowy techniczny ma zastosowanie w produkcji pigmentów antykorozyjnych, mas ferrytowych oraz jako półprodukt do produkcji azotanu strontowego specjalnej czystości i innych odczynników strontowych.

1.3. Normy i dokumenty związane

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

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

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-60/P-79005 Worki papierowe

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. Dz.U. nr 2/64.

2. OZNACZENIE

WĘGLAN STRONTOWY TECHNICZNY BN-70/6016-25

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan strontowy techniczny powinien mieć postać drobnokrystalicznego proszku barwy białej nierozpuszczalnej w wodzie; jest rozpuszczalny w kwasach.

²⁾ Symbol wg SWW: 1221-784.

3.2. Wymagania chemiczne podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Węglanu strontowego (SrCO_3), %, co najmniej	96
b) Wapnia (Ca), %, najwyżej	0,4
c) Sumy tlenków żelaza i glinu (R_2O_3), %, najwyżej	0,3
d) Substancji nierozpuszczalnych w HCl, %, najwyżej	0,1
e) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,3
f) Wody, %, najwyżej	0,5
g) Chlorków (Cl), %, najwyżej	0,05
h) Metali ciężkich (Pb), %, najwyżej	0,05

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Węglan strontowy techniczny należy pakować do worków papierowych pięciowarstwowych zgodnych z PN-60/P-79005, o wymiarach zgodnych z PN-68/O-79027, pojemności 35 kg.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania pod warunkiem, że zabezpieczy ono produkt w sposób nie gorszy od opakowania przewidzianego w normie i jest zgodne z szeregiem wymiarowym.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/C-79251 umieszczając na każdym opakowaniu trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie produktu zgodnie z rozdz. 2,
- numer partii i datę produkcji,
- masę netto,
- napis ostrzegawczy "Ostrożnie - Środek szkodliwy" - wykonany czerwonymi literami na białym tle (Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej Dz.U. nr 2/64).

4.2. Przechowywanie. Węglan strontowy należy przechowywać w suchych pomieszczeniach. Dopuszczalna liczba warstw worków wynosi 10.

4.3. Transport. Węglan strontowy należy przewozić krytymi środkami transportu z zachowaniem wymagań wg 4.2 w sposób gwarantujący całość opakowań.

Zakłady Chemiczne „Tarnowskie Góry”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 21 listopada 1970 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1971 r.

(Mon. Pol. nr 14/1971 poz. 107)

W czasie przewozu kolejną worki powinny być ułożone zgodnie z obowiązującymi przepisami PKP.

5. BADANIA

5.1. Program badań. Badania obejmują:

- ogłędziny zewnętrzne na zgodność z 3.1, oraz na zgodność z 3.2:
- oznaczanie zawartości węgla strontowego,
- oznaczanie zawartości wapnia,
- oznaczanie zawartości sumy tlenków żelaza i glinu,
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym,
- oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie zawartości chlorków,
- oznaczanie zawartości metali ciężkich.

5.2. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu podlegającej badaniu należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczby opakowań w partii liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać 2 próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 100 g. Próbkę należy pobierać zgłębnikiem 5-1500/100 wg PN/C-60010 wprowadzając go co najmniej do 3/4 głębokości opakowania. Pobrane próbki pierwotne należy zsypać razem w czystym, suchym miejscu zabezpieczonym przed zanieczyszczeniem produktu. Otrzymaną w ten sposób próbkę ogólną miesza się dokładnie i zmniejsza do wielkości wymaganej dla średniej próbki laboratoryjnej. Masa średniej próbki laboratoryjnej nie powinna być mniejsza niż 500 g. Pakowanie, przechowywanie i oznakowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN-67/C-04500 p. 6.1, 6.2, 6.3.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oględziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu postaci, barwy oraz nieobecności zanieczyszczeń obcych. Oględziny przeprowadza się nieuzbrojonym okiem.

5.3.2. Oznaczanie zawartości strontu w przeliczeniu na SrCO_3

5.3.2.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na miareczkowaniu roztworem wersenianu dwusodowego sumy

strontu i wapnia wobec czerni eriochromowej T. Zawartość strontu oblicza się z różnicy sumy strontu i wapnia i oznaczonej w równoległej próbce zawartości wapnia. W celu uzyskania wyraźnej zmiany wskaźnika w punkcie równoważnikowym podczas miareczkowania do badanego roztworu dodaje się znaną ilość magnezu, którą następnie uwzględnia się w obliczeniach.

5.3.2.2. Odczynniki i roztwory

- Bufor amonowy o pH = 10: 70 g chlorku amonowego cz.d.a. i 570 cm³ amoniaku cz.d.a. (0,91) rozpuścić w wodzie destylowanej i rozcieńczyć do objętości 1000 cm³.
- Chlorek magnezowy cz.d.a., roztwór 0,05m.
- Czerń eriochromowa T: 1 g czerni eriochromowej wymieszać dokładnie ze 100 g chlorku sodowego cz.d.a.
- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05m.

5.3.2.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej o pojemności 500 cm³ odmierzyć przy pomocy biurety 20 cm³ roztworu A wg 5.3.4.3. Roztwór rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 50 cm³, dodać z biurety 5 cm³ roztworu chlorku magnezowego, pipetą odmierzyć 10 cm³ buforu amonowego, dodać szczyptę czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do uzyskania niebieskiego zabarwienia wskaźnika. Jednocześnie w tych samych warunkach wykonać miareczkowanie roztworem wersenianu dwusodowego 5 cm³ roztworu chlorku magnezowego. Zawartość węgla strontowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,007382 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 20} - X_3 \cdot 3,6836 = \frac{(V - V_1) \cdot 9,2275}{m} - X_3 \cdot 3,6836$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- V₁ - objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania 5 cm³ roztworu chlorku magnezowego, cm³,
- m - odważka badanego węgla strontowego, g,
- 0,007382 - ilość węgla strontowego (SrCO_3) odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g,
- X₃ - zawartość wapnia (Ca) oznaczona wg 5.3.3.3, %,
- 3,6836 - współczynnik do przeliczenia Ca na SrCO_3 .

5.3.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,5%.

5.3.3. Oznaczanie zawartości wapnia

5.3.3.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na miareczkowaniu wapnia wersenianem dwusodowym wobec kalcesu po oddzieleniu go od strontu.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy bezwodny.
- b) Amoniak cz.d.a., roztwór 1+1.
- c) Bufor alkaliczny: 4n roztwór wodorotlenku potasowego cz.d.a.
- d) Eter bezwodny.
- e) Kalces: 1 g kalcesu wymieszać dokładnie ze 100 g chlorku sodowego cz.d.a.
- f) Kwas azotowy cz.d.a.
- g) Mieszanina alkoholu etylowego bezwodnego i eteru bezwodnego w stosunku 1:1.
- h) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,02m.
- i) Węglan amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- j) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 cm³ odmierzyc pipetą 100 cm³ roztworu A wg 5.3.4.3. Roztwór ogrzać do wrzenia, dodać roztworu amoniaku do reakcji alkalicznej (wobec papierka uniwersalnego), a następnie dodać 40 cm³ roztworu węglanu amonowego. Wytrącony osad węglanu strontowego i wapnia odsączyć, osad na sączku przemyć wodą z dodatkiem amoniaku i następnie spłukać ilościowo do kolby stożkowej pojemności 100 cm³. Osad rozpuścić ostrożnie pod szkiełkiem zegarkowym w jak najmniejszej ilości kwasu azotowego. Roztwór odparować do sucha i suszyć w temperaturze 150 ÷ 160°C w ciągu 1 godz.

Suchą pozostałość rozetrzeć pręcikiem szklanym z 5 cm³ alkoholu etylowego, następnie kolbę zamknąć i pozostawić na okres 1÷2 godz. Po upływie tego czasu do próbki dodać 5 cm³ bezwodnego eteru, zamknąć kolbę i pozostawić do drugiego dnia. Roztwór przesączyć przez lejek szklany G4, stosując pompę próżniową wodną i przemyć szybko mieszaniną bezwodnego alkoholu i eteru. Przesącz odparować ostrożnie na łożni wodnej do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej, zakwaszonej kilkoma kroplami kwasu solnego. Roztwór przenieść do kolby pojemności 300 cm³, rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 50 cm³, dodać 3 cm³ buforu alkalicznego, szczyptę kalcesu i miareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany zabarwienia wskaźnika z czerwonego na niebieski.

Zawartość wapnia (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0008016 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 100} = \frac{V \cdot 0,2004}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,02m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,0008016 - ilość wapnia (Ca) odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,02m roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m - odważka badanej próbki, g.

5.3.3.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,01%.

5.3.4. Oznaczanie zawartości sumy tlenków żelaza i glinu

5.3.4.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na wytrąceniu wodorotlenków żelaza i glinu amoniakiem i wagowym oznaczeniu tlenków tych kationów po wypraniu osadu.

5.3.4.2. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak cz.d.a., roztwór 1 + 1.
- b) Azotan srebra cz., roztwór około 0,1n zakwaszony kwasem azotowym.
- c) Chlorek amonowy cz.d.a.
- d) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 1 + 1.
- e) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1 + 1.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. Do wysokiej zlewki pojemności 250 cm³ odważyć około 2,5 g badanego węglanu strontowego z dokładnością do 0,0002 g. Próbkę rozpuścić ostrożnie pod szkiełkiem zegarkowym w 50 cm³ roztworu kwasu solnego i 1 cm³ roztworu kwasu azotowego. Następnie roztwór ogrzać do wrzenia, wygotować w celu usunięcia CO₂ i przesączyć do zlewki pojemności 250 cm³ przemywając sączek gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próba z roztworem azotanu srebra). Przesącz ogrzać do wrzenia, dodać trochę (około 1 g) chlorku amonowego i wytrącić amoniakiem wodorotlenki żelaza i glinu, dodając roztwór amoniaku do słabego zapachu. Roztwór pozostawić na łożni wodnej do opadnięcia osadu i następnie przesączyć przez miękki sączek przemywając zlewkę i osad wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy. Przesącz i wody z przemycia zebrać w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ i po ostudzeniu uzupełnić wodą destylowaną do kreski (roztwór A).

Sączek z osadem spopielić i wyprażyć w temperaturze 750 ÷ 800°C do stałej masy.

Zawartość sumy tlenków żelaza i glinu (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

m₁ - masa wyprążonego osadu, g,

m - odważka badanej próbki, g.

5.3.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 0,03%.

5.3.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz., roztwór około 0,1n zakwaszony kwasem azotowym.
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Do wysokiej zlewki pojemności 400 cm³ odważyć około 10 g badanego węglanu strontowego z dokładnością do 0,01 g. Próbkę rozpuścić ostrożnie pod szkiełkiem zegarkowym w 100 cm³ roztworu kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia i utrzymać w tej temperaturze w ciągu kil-

ku minut. Następnie zawartość zlewki przesączyć przez wysuszony uprzednio do stałej masy tygiel szklany G4. Tygiel z osadem przemyc gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorkowy (próbka z azotanem srebra), a następnie wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m_1 - masa wysuszonych substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, g,
- m - odważka badanej próbki, g.

5.3.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.3.6. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.3.6.1. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 cm³ odważyć około 25 g badanego węglanu strontowego z dokładnością do 0,01 g. Do odważki dodać 200 cm³ wody destylowanej. Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 5 min. Po ostudzeniu roztwór z osadem przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić zawartość kolby wodą destylowaną do kreski. Po opadnięciu osadu roztwór przesączyć przez podwójny suchy średni sączek do suchego naczynia, odrzucając pierwsze kilkanaście cm³ przesączu. Do wysuszonej w temperaturze 105°C do stałej masy parownicy porcelanowej odmierzyć pipetą 50 cm³ przesączu i odparować do sucha. Pozostałość wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość substancji rozpuszczalnych w wodzie (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{m_1 \cdot 500}{m}$$

w którym:

- m_1 - masa wysuszonych substancji rozpuszczalnych w wodzie, g,
- m - odważka badanej próbki, g.

5.3.6.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 20% mniejszego wyniku.

5.3.7. Oznaczanie zawartości wody

5.3.7.1. Wykonanie oznaczania. W suchym naczyniu wagowym, uprzednio zważonym, odważyć 10 g badanego węglanu strontowego z dokładnością do 0,01 g. Odważkę suszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Zawartość wody (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m}$$

w którym:

- m_1 - masa próbki po wysuszeniu, g,
- m - odważka próbki, g.

5.3.7.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.3.8. Oznaczanie zawartości chlorków

5.3.8.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na wytrąceniu chlorku srebra i oznaczeniu zawiesiny metodą turbidymetryczną.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra, cz.d.a., roztwór 0,1n.
- b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- c) Roztwór wzorcowy chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:9. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg Cl.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego węglanu strontowego odważonego z dokładnością do 0,002 g umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ i rozpuścić w 5 cm³ roztworu kwasu azotowego. Roztwór przesączyć przez wymyty od chlorków (próbka z roztworem azotanu srebra) twardy sączek do cylindra Nesslera i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 sposobem A dodając do roztworu porównawczego, sporządzonego w taki sam sposób jak roztwór badany, 5 cm³ roztworu wzorcowego chlorków.

5.3.8.4. Wynik. Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane zmętnienie jest mniejsze albo równe zmętnieniu roztworu porównawczego.

5.3.9. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb)

5.3.9.1. Zasada oznaczania polega na przeprowadzeniu metali ciężkich strącanych siarkowodorem w zabarwione siarczki i ich kolorymetrycznym oznaczeniu przez porównanie z roztworem wzorcowym.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- b) Roztwór wzorcowy ołowiu przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony w stosunku 1:9 0,001n roztworem kwasu octowego. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Pb²⁺.

5.3.9.3. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego węglanu strontowego odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ i rozpuścić w 5 cm³ roztworu kwasu solnego. Roztwór przesączyć przez twardy sączek do cylindra Nesslera. Wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1 dodając do roztworu porównawczego, zawierającego te same ilości odczynników co próbka badana, 5 cm³ roztworu wzorcowego ołowiu.

5.3.9.4. Wynik. Produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli otrzymane zmętnienie jest mniejsze albo równe zmętnieniu roztworu porównawczego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6016-25