

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki	6191-122
	Chlorek barowy	Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

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

Chlorek barowy ma:

- a) wzór chemiczny — $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 244,31 (1968 r.).

1.2. Normy związane

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

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

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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

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

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie bez fałd bocznych zgrzewane

¹⁾ Symbol wg SWW: ch.cz. — 1331-435,
cz.d.a. — 1331-111,
cz. — 1331-425.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się trzy gatunki chlorku barowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku barowego czystego do analizy:

CHLOREK BAROWY cz.d.a. BN-73/6191-122

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek barowy, odczynnik, powinien mieć postać kryształów barwy białej łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku barowego ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) %, co najmniej	99,5	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
c) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
d) Chloranów (ClO_3^-), %, nie więcej niż	0,0025	0,0025	0,005
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,00005	0,0001	0,0005
f) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,00025	0,001	0,001
g) Metali alkalicznych ($\text{K}+\text{Na}$), %, nie więcej niż	0,02	0,05	0,1
h) Metali ziem alkalicznych ($\text{Ca}+\text{Sr}$), %, nie więcej niż	0,05	0,1	0,2

Zakłady Chemiczne „Tarnowskie Góry”

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)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chlorek barowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować wg PN-70/C-80001 oraz aktualnie obowiązujących przepisów o przewozie materiałów trujących.

Rodzaj opakowania jednostkowego — słoiki szklane typu POCh zgodne z wymaganiami PN-70/C-80001 o zawartości masy netto 250, 500 i 1000 g z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką.

Rodzaj opakowania transportowego — skrzynki drewniane lub kontenery, do których pakowane są słoiki szklane odpowiednio zabezpieczone tekturą falistą, lub worki polietylenowe wg BN-70/6414-06 o zawartości masy netto 50 kg, umieszczone w workach papierowych czterowarstwowych wykonanych wg PN-70/P-79005.

Za zgodą odbiorcy można stosować inne opakowania, jeżeli zabezpieczają one produkt co najmniej w takim stopniu jak poprzednio wymienione opakowanie i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowania wg PN-64/O-79021.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- ogłędziny zewnętrzne,
- oznaczanie zawartości chlorku barowego,
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie,
- oznaczanie zawartości azotu całkowitego,
- oznaczanie zawartości chloranów,
- oznaczanie zawartości żelaza,
- oznaczanie zawartości metali ciężkich,
- oznaczanie zawartości metali alkalicznych,
- oznaczanie zawartości metali ziem alkalicznych.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać zgodnie z wymaganiami PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Ogłędziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu nieuzbrojonym okiem postaci, barwy oraz nieobecności zanieczyszczeń obcych.

5.3.2. Oznaczanie zawartości chlorku barowego

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05m.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1m.
- Fluorekson wskaźnik, roztwór 0,1-procentowy. Roztwór jest trwały w okresie 7 dni.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3500 g próbki rozpuścić w 100 cm³ wody dodać 20÷

22 cm³ wersenianu dwusodowego 0,05m, roztworu wodorotlenku sodowego w ilości koniecznej do uzyskania pH w granicach 12,2÷12,3, kilka kropel roztworu fluoreksonu i domiareczkować roztworem wersenianu dwusodowego 0,05m do wyraźnego obniżenia intensywności żółto-zielonej fluorescencji z powstaniem stałego świecenia obserwowanego przy dziennym świetle na czarnym tle.

Zawartość chlorku barowego (X_1) należy obliczyć, w %, wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,01221 \cdot 100}{G_1}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania, cm³,

G_1 — odważka, próbki, g,

0,01221 — ilość BaCl₂·2H₂O odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

Przy miareczkowaniu należy jako punkt odniesienia dla zmiany zabarwienia stosować roztwór porównawczy zawierający w tej samej objętości co badany 20 cm³ roztworu wersenianu dwusodowego, 6 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego i fluorekson.

5.3.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,5% wyniku mniejszego.

5.3.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.

5.3.3.1. Wykonanie oznaczania. 50,00 g próbki rozpuścić w 200 cm³ gorącej wody. Roztwór ogrzewać na łaźni wodnej przez 1 godz i następnie przesączyć przez wysuszony do stałej masy w temperaturze 105÷110°C szklany filtr do sączenia nr 4. Pozostałość na filtrze przemyć gorącą wodą do zaniku jonów chlorkowych w przesączu (próba z azotanem srebra) i następnie wysuszyć od stałej masy w temperaturze 105÷110°C.

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

dla gatunku ch.cz. — 2,5 mg,

dla gatunku cz.d.a. — 5 mg,

dla gatunku cz. — 10 mg.

5.3.4. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.4.2. Aparaty i urządzenia — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. 2,00 g próbki przenieść do kolby kulistej aparatu destylacyjnego i rozpuścić w 150 cm³ wody. Dalej oznaczanie prowadzić zgodnie z PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany chlorek barowy odpowiada wymaganiom

normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu jest równe lub bardziej intensywne od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego w taki sposób jak roztwór badany i zawierający w takiej samej objętości:

- dla gatunku ch.cz. — 0,02 mg N,
- dla gatunku cz.d.a. — 0,04 mg N,
- dla gatunku cz. — 0,1 mg N

i te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości chloranów

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający ClO_3 przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.12, rozcieńczony wodą w stosunku 10÷90. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg ClO_3 .

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g próbki rozpuścić w 12,5 cm^3 wody, dodać 2,5 cm^3 roztworu sodowego, energicznie wymieszać i odstawić na 5÷10 min, następnie odsączyć przez bezpopiołowy sączek.

Przesącz przemieścić do cylindra pojemności 50 cm^3 z doszlifowanym korkiem, dodać 25 cm^3 roztworu kwasu solnego, 1 cm^3 jodku potasowego i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nie znikające przez 10 min zabarwienie badanego roztworu nie jest intensywne od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości i w takim samym naczyniu te same ilości kwasu solnego, jodku potasowego oraz:

- dla gatunku ch.cz. — 0,05 mg ClO_3^{1-} ,
- dla gatunku cz.d.a. — 0,05 mg ClO_3^{1-} ,
- dla gatunku cz. — 0,1 mg ClO_3^{1-} .

5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g próbki rozpuścić w 25 cm^3 wody w zlewce pojemności 100 cm^3 , dodać 0,25 cm^3 roztworu kwasu azotowego, 3 cm^3 roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i gotować przez 2÷3 min. Roztwór ochłodzić, przemieścić do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 , dodać 4 cm^3 roztworu rodanku amonowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalszy tok postępowania oraz sposób wykonania krzywej wzorcowej — wg PN-68/C-04521 p. 2.5.3.

5.3.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.3.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g próbki rozpuścić w 30 cm^3 wody. Następnie umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm^3 i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany chlorek barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego jest mniejsze lub równe zabarwieniu roztworu porównawczego, zawierającego w takiej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

- dla gatunku ch.cz. — 0,01 mg Pb,
- dla gatunku cz.d.a. — 0,04 mg Pb,
- dla gatunku cz. — 0,04 mg Pb.

5.3.8. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda podwójnie destylowana z naczyń kwarcowych lub metalowych.

b) Roztwór wzorcowy sodu przygotowanego wg PN-68/C-04953 p. 2.4d), rozcieńczony wodą w stosunku 1÷99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Na^+ .

c) Roztwór wzorcowy przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4e), rozcieńczony wodą w stosunku 1÷99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg K^+ .

5.3.8.2. Aparatura i urządzenia — spektrofotometr płomieniowy z kompletnym wyposażeniem.

5.3.8.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu.

Sód należy oznaczać przy długości fali = 589,0 nm, potas przy długości fali = 766,5 nm (warunki fotometrowania mogą się zmieniać przy zmianie dyszy do cieczy i rozpylacza lub innych części; przygotowanie przyrządu do oznaczania należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu).

5.3.8.4. Wykonanie krzywej wzorcowej. W celu przygotowania 4 roztworów wzorcowych należy do kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 dodać 20 cm^3 wody oraz następujące ilości roztworów chlorku sodowego i potasowego zawierających 0,01 mg Na^+ lub 0,01 mg K^+ w 1 cm^3 :

dla roztworu wzorcowego 1

0,01 mg Na^+ , co odpowiada 0,01% Na w próbce,
0,01 mg K^+ , co odpowiada 0,01% K w próbce;

dla roztworu wzorcowego 2

0,02 mg Na^+ , co odpowiada 0,02% Na w próbce,
0,02 mg K^+ , co odpowiada 0,02% K w próbce;

dla roztworu wzorcowego 3

0,04 mg Na^+ , co odpowiada 0,04% Na w próbce,
0,04 mg K^+ , co odpowiada 0,04% K w próbce;

dla roztworu wzorcowego 4

0,06 mg Na^+ , co odpowiada 0,06% Na w próbce,
0,06 mg K^+ , co odpowiada 0,06% K w próbce.

Objętość roztworów uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Fotometrowanie roztworów wzorcowych należy prowadzić rozpylając je w kolejności wzrastającego stężenia, następnie fotometrowanie prowadzić w odwrotnej kolejności zaczynając od największego stężenia i wyliczyć średnią arytmetyczną otrzymanych wyników.

Z uzyskanych wyników należy sporządzić wykres krzywej wzorcowej, odkładając na osi odciętych ilości sodu i potasu w mg, a na osi rzędnych odpowiadające im wskazania galwanometru.

5.3.8.5. Wykonanie oznaczania. 0,100 g próbki umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Fotometrować razem z roztworami wzorcowymi w tych samych warunkach.

Zawartość sodu i potasu (X_2) należy obliczyć, w %, wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 + m_2}{m} \cdot \frac{100}{1000}$$

w którym:

m_1 — ilość sodu (Na) odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m_2 — ilość potasu (K), odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka próbki, g.

5.3.8.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie powinna przekraczać 10% wyniku niższego.

5.3.9. Oznaczanie zawartości metali ziem alkalicznych

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy wapnia przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4 b), rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ca²⁺.

b) Roztwór wzorcowy strontu przygotowany wg PN-68/C-04953 p. 2.4 c), rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Sr²⁺.

5.3.9.2. Aparatura i urządzenia — spektrofotometr płomieniowy z kompletnym wyposażeniem.

5.3.9.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla posiadanego aparatu.

Wapń należy oznaczać przy długości fali = 422,7 nm, stront — przy długości fali = 460,7 nm (warunki fotometrowania mogą się zmieniać przy zmianie dyszy cieczy i rozpylacza lub innych części, przygotowanie przyrządu do oznaczania należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu).

5.3.9.4. Wykonanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ należy dodać około 20 cm³ wody oraz następujące ilości roztworów chlorku wapnia i strontu:

dla roztworu wzorcowego 1

0,02 mg Ca²⁺, co odpowiada 0,02% Ca²⁺ w próbce, 0,02 mg Sr²⁺, co odpowiada 0,02% Sr²⁺ w próbce;

dla roztworu wzorcowego 2

0,05 mg Ca²⁺, co odpowiada 0,05% Ca²⁺ w próbce, 0,05 mg Sr²⁺, co odpowiada 0,05% Sr²⁺ w próbce;

dla roztworu wzorcowego 3

0,1 mg Ca²⁺, co odpowiada 0,1% Ca²⁺ w próbce, 0,1 mg Sr²⁺, co odpowiada 0,1% Sr²⁺ w próbce,

dla roztworu wzorcowego 4

0,15 mg Ca²⁺, co odpowiada 0,15% Ca²⁺ w próbce, 0,15 mg Sr²⁺, co odpowiada 0,15% Sr²⁺ w próbce;

dla roztworu wzorcowego 5

0,2 mg Ca²⁺, co odpowiada 0,2% Ca²⁺ w próbce, 0,2 mg Sr²⁺, co odpowiada 0,2% Sr²⁺ w próbce.

Objętość roztworów uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Krzywą wzorcową należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.9.5. Wykonanie oznaczania. 1,000 g próbki rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Oznaczanie należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04953.

Zawartość wapnia i strontu (X_3) należy obliczyć, w %, wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 + m_2}{m} \cdot \frac{100}{1000}$$

w którym:

m_1 — ilość wapnia (Ca) odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m_2 — ilość strontu (Sr) odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — masa odważki próbki, g.

5.3.9.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie przekracza 5% wyniku niższego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-122

1. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80266

a) zmieniono metody oznaczania zawartości chlorku barowego, wapnia, strontu, sodu i potasu;

b) dostosowano wymagania i metody badań do zaleceń normalizacyjnego.

Dotychczas obowiązująca PN/C-80266 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1974 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem Zalecenia Normalizacyjnego RWPG PC 2109-69.