

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Siarczan barowy	6191-139
		Zamiast PN-59/C-80250
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan barowy otrzymywany przez wytrącanie z roztworu chlorku barowego działaniem kwasu siarkowego lub siarczanu sodowego, stosowany jako odczynnik w analizie chemicznej.

Siarczan barowy ma:

- a) wzór chemiczny BaSO_4 ,
- b) masę cząsteczkową 233,43.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki siarczanu barowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu barowego odczynnika czystego do analizy:

SIARCZAN BAROWY cz.d.a. BN-75/6191-139

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Siarczan barowy ma postać białego proszku nierozpuszczalnego w wodzie i rozcieńczonych kwasach.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tablicy.

4. PAKOWANIE, PRZECZOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan barowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania jednostkowego: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 250, 500 i 1000 g.

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 wg PN-70/P-79005 o wymiarach i sposobie zamknięcia wg PN-68/O-79027. Za zgodą odbiorcy można stosować inne opakowania, jeżeli zabezpieczają one produkt co najmniej w takim stopniu jak poprzednio wymienione opakowania i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowania wg PN-64/O-79021.

W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 x 1200 mm. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tożsamość	wg 5.2.2	wg 5.2.2
b) Substancji rozpuszczalnych w kwasie solnym, %, najwyżej	0,15	0,25
c) Wolnych alkaliów	wg 5.2.4	nie normalizuje się
d) Wolnych kwasów (H_2SO_4), %, najwyżej	0,01	nie normalizuje się
e) Chlorków (Cl^-), %, najwyżej	0,001	0,02
f) Azotanów (NO_3^-), %, najwyżej	0,005	0,01
g) Fosforanów (PO_4^{3-}), %, najwyżej	0,001	nie normalizuje się
h) Siarczanów rozpuszczalnych w wodzie (SO_4^{2-}), %, najwyżej	0,02	0,03
i) Sól barowych rozpuszczalnych w wodzie	wg 5.2.10	wg 5.2.10
j) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, najwyżej	0,001	0,003
k) Żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej	0,001	0,003
l) Arsenu (As), %, najwyżej	0,0001	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 19 marca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1975 poz. 42 i 43)

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać zgodnie z wymaganiami PN-70/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 150 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oględziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu nieuzbrojonym okiem postaci i barwy odczynnika - zgodnie z 3.1.

5.2.2. Sprawdzenie tożsamości produktu

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Azotan barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,40), roztwór 1 + 3.
- Kwas solny cz.d.a. (1,18), roztwór 1 + 1.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84), roztwór 1 + 5.
- Węglan sodowy cz.d.a.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu barowego gotować przez 10 min z roztworem 5 g węglanu sodowego w 25 cm³ wody destylowanej. Po ochłodzeniu roztwór przesączyć i następnie:

- przesącz zakwaszyć roztworem kwasu solnego i dodać do niego 1 cm³ roztworu azotanu barowego; wydzieli się biały osad;
- osad na sączku przemyć dokładnie gorącą wodą, spłukać do zlewki, dodać 5 cm³ roztworu kwasu azotowego, zagotować i przesączyć; do przesączu dodać 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego; wydzieli się biały osad.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w kwasie solnym. 5,00 g badanej próbki wytrawić w 50 cm³ roztworu kwasu solnego (1+3), ogrzewając zawiesinę do wrzenia. Zawiesinę przesączyć, a przesącz odparować do sucha w parowniczce porcelanowej lub kwarcowej.

Pozostałość po odparowaniu rozpuścić w 10 cm³ wody z dodatkiem 1 cm³ roztworu kwasu solnego (roztwór 1 + 3). Ogrzać do wrzenia i przesączyć. Przesącz przenieść do parownicy platynowej uprzednio odważonej i odparować do sucha. Pozostałość wysuszyć w suszarce w temperaturze 110°C do stałej masy.

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

- dla odczynnika cz.d.a. - 7,5 mg,
- dla odczynnika cz. - 12,5 mg.

5.2.4. Sprawdzenie zawartości wolnych alkaliów [Ba(OH)₂]. 2,00 g badanego siarczanu barowego ogrzewać do wrzenia z 25 cm³ wody destylowanej. Utrzymywać stan wrzenia w ciągu 5 min, po czym przesączyć.

Do przesączu dodać 2 krople 0,1-procentowego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny.

Roztwór powinien pozostać bezbarwny.

5.2.5. Oznaczanie zawartości wolnych kwasów (H₂SO₄). Do przesączu uzyskanego wg 5.2.4 dodawać z mikrobiurety 0,02n roztwór wodorotlenku sodowego do wystąpienia różowego zabarwienia.

Badany siarczan barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się nie więcej niż 0,2 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego. Badanie to dotyczy tylko gatunku cz.d.a.

5.2.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Do 10,00 g badanego siarczanu barowego dodać 80 cm³ gorącej wody, dobrze wytrząsnąć, ogrzać do wrzenia i po ochłodzeniu przesączyć przez twardy sączek uprzednio dokładnie przemyty gorącą wodą. Przesącz zebrać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Osad na sączku przemyć niewielką ilością wody, dołączając wodę z przemycia do przesączu. Objętość roztworu w kolbie uzupełnić wodą do kreski - roztwór A. Do 10 cm³ roztworu A dodać 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposób A.

Opalescencja badanego roztworu nie powinna być intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierające w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cl⁻,
- dla odczynnika cz. - 0,2 mg Cl⁻.

5.2.7. Oznaczanie zawartości azotanów (NO₃⁻)

5.2.7.1. Zasada metody polega na odbarwieniu roztworu indygokarminu jonami azotanowymi. Zabarwienie badanego roztworu porównuje się z zabarwieniem roztworu porównawczego, zawierającego oznaczoną ilość jonów NO₃⁻.

5.2.7.2. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04509.

5.2.7.3. Wykonanie oznaczania. Do 20 cm³ roztworu A (wg 5.2.6.2) dodać 1 cm³ roztworu chlorku sodowego, 1 cm³ roztworu indygokarminu, 12 cm³ kwasu siarkowego i dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04509. Zabarwienie badanego roztworu nie powinno być słabsze od zabarwienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającym w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg NO₃⁻,
- dla odczynnika cz. - 0,02 mg NO₃⁻.

5.2.8. Oznaczanie zawartości fosforanów (PO₄³⁻)

5.2.8.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04503 p. 2.3.2.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. Do 2,000 g badanego siarczanu barowego dodać 15 cm³ wody, 5 cm³ roztworu kwasu azotowego, wymieszać, ogrzać do wrzenia i utrzymywać mieszaninę w stanie wrzenia przez 10 min. Po ochłodzeniu przesączyć i przemyć

osad możliwie małą ilością wody, łącząc wodę z przemycia z przesączem.

Roztwór zobojętnić roztworem amoniaku wobec papierka lakmusowego, uzupełnić wodą do 40 cm³, dodać 10 cm³ odczynnika do oznaczania fosforanów i dokładnie wymieszać. Intensywność zabarwienia roztworów badanego i porównawczego porównać po upływie 10 min na tle mlecznego szkła.

Zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz 0,02 mg PO₄³⁻.

5.2.9. Oznaczanie zawartości siarczanów rozpuszczalnych w wodzie (SO₄²⁻)

5.2.9.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519.

5.2.9.2. Wykonanie oznaczania. Do 5 cm³ roztworu A otrzymanego wg 5.2.6.2 dodać 10 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 sposób A p. 2.4.3. Opalescencja badanego roztworu nie powinna być intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającym w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,1 mg SO₄²⁻,
- dla odczynnika cz. - 0,15 mg SO₄²⁻.

5.2.10. Sprawdzanie nieobecności rozpuszczalnych soli barowych

5.2.10.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84), roztwór 1 + 5.

5.2.10.2. Wykonanie sprawdzania. 10,00 g badanego siarczanu barowego wyługować mieszaniną 90 cm³ wody i 10 cm³ kwasu octowego, ogrzać do wrzenia często mieszając i po ostudzeniu przesączyć.

Przesącz uzupełnić wodą do objętości 100 cm³, 50 cm³ przesączu odparować na łaźni wodnej do sucha, a do wysuszonej pozostałości dodać ogrzewając 20 cm³ wody. Roztwór przesączyć i do przesączu dodać 3 ÷ 4 kropli roztworu kwasu siarkowego.

Badany siarczan barowy odpowiada wymaganiom, jeżeli po upływie 1 godz roztwór pozostanie przezroczysty.

5.2.11. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb²⁺)

5.2.11.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515 oraz kwas azotowy cz.d.a. (1,40), roztwór 1 + 2.

5.2.11.2. Wykonanie oznaczania. Do 2,00 g badanego siarczanu barowego dodać 5 cm³ roztworu kwa-

su azotowego, 25 cm³ wody, silnie wytrząsnąć i przesączyć. Przesącz odparować w porcelanowej parownicze do sucha na łaźni piaskowej.

Pozostałość rozpuścić w 3 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Pb²⁺,
- dla odczynnika cz. - 0,06 mg Pb²⁺.

5.2.12. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.2.12.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.4.2.

5.2.12.2. Wykonanie oznaczania. Do 1,000 g badanego siarczanu barowego dodać 3 cm³ roztworu kwasu solnego, 15 cm³ wody i ogrzać.

Pozostałość odsączyć przez twardy sączek i przemyc niewielką ilością wody. Przesącz i wody z przemycia przenieść do zlewki pojemności 250 cm³, dodać 5 cm³ roztworu kwasu askorbinowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydyli i około 15 cm³ wody. pH roztworu doprowadzić do około 4 roztworem amoniaku wobec papierka uniwersalnego i roztwór przenieść do cylindra Nesslera pojemności 100 cm³, i uzupełnić wodą. Porównanie intensywności zabarwienia przeprowadzić po 30 min.

Zabarwienie badanego roztworu nie powinno być intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym, zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe³⁺,
- dla odczynnika cz. - 0,03 mg Fe.

5.2.13. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.2.13.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511 p. 2.4.

5.2.13.2. Wykonanie oznaczania. Do 5,00 g badanego siarczanu barowego dodać 15 cm³ roztworu kwasu solnego i wytrząsać przez 15 min w małej kolbie stożkowej.

Następnie odstawić na kilka minut i przesączyć. Kolbę i sączek przemyc wodą i dołączyć ją do przesączu. Dalej oznaczanie prowadzić wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Zabarwienie papierka bromortęciowego nie powinno być intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego uzyskanego w próbie porównawczej zawierającej takie same ilości odczynników oraz 0,005 mg As.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne
TARNOWSKIE GÓRY.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-59/C-80250

- a) wprowadzono oznaczanie żelaza metodą z 2,2'-dwupiry-
dylem,
b) wprowadzono do pakowania dodatkowo worki polietyle-
nowe.

3. Normy związane

- PN-68/C-04503 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-
wartości fosforanów w bezbarwnych roztworach metodą
kolorymetryczną
PN-68/C-04509 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-
wartości azotanów w bezbarwnych roztworach metodą ko-
lorymetryczną
PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-
wartości arsenu
PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-
wartości metali ciężkich strącanych siarkowodorek

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-
wartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą tur-
bidymetryczną

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

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

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

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobieranie próbek i
przgotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

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

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

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucz-
nych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez rąd
becznych zgrzewane

4. Normy zagraniczne

ZSRR ГОСТ 3158-65 Реактивы. Барий серноокислый