

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Siarczan barowy techniczny strącony	6016-19
		Zamiast BN-69/6016-19
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest siarczan barowy techniczny strącony, którego składnikiem głównym jest związek o wzorze chemicznym $BaSO_4$.

1.2. Zakres zastosowania przedmiotu normy. Siarczan barowy techniczny strącony znajduje zastosowanie głównie jako wypełniacz w produkcji farb i lakierów, gumy, tworzyw sztucznych, ceraty, linoleum i papieru.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń i własności fizycznych rozróżnia się dwa gatunki oznaczone cyframi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu barowego technicznego strąconego:

SIARCZAN BAROWY TECHNICZNY STRĄCONY I
BN-76/6016-19

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan barowy powinien mieć postać proszku barwy białej, bez zanieczyszczeń substancjami obcymi. Występujące grudki powinny dawać się łatwo rozcierać w palcach.

3.2. Wymagania szczegółowe — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Siarczanu barowego ($BaSO_4$), %, najmniej	97	97
b) Wody, %, najwyżej	0,3	0,5
c) Substancji rozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,5	0,5
d) pH zawiesiny wodnej	7 ÷ 9	7 ÷ 9
e) Odsiew ziarna na sicie 0,063 mm, %, powyżej	0,1	0,3
f) Białość, %, najmniej	94	92
g) Liczba olejowa, najwyżej	18	18
h) Masa nasypowa, kg/dm^3 , najwyżej	1,5	1,5
i) Żelaza (Fe), %, najwyżej	0,01	0,02
j) Miedzi (Cu), %, najwyżej	0,001	0,001
k) Manganu (Mn), %, najwyżej	0,001	0,001
l) Straty po prażeniu, %, najwyżej	1,3	1,5

Zawartości Fe, Cu, Mn oraz straty po prażeniu oznaczają się na żądanie przemysłu akumulatorowego i gumowego.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Siarczan barowy należy pakować po 50 kg do worków papierowych — pięciowarstwowych — wg PN-70/P-79005, p. 3.3.1 lub p. 3.3.2 o wymiarach wg PN-68/O-79027, zamykanych przez zszywanie albo wiązanie lub do worków polietylenowych wg BN-70/6114-06 zamykanych przez zgrzewanie lub zszywanie.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania uzgodniony między dostawcą i odbiorcą, zabezpieczający jakość w nie mniejszym stopniu oraz mający wymiary zgodne z PN-64/O-79021:

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę netto,
- numer partii lub datę produkcji.

Sposób wykonania oznakowania wg PN-67/O-97252.

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

4.2. Przechowywanie. Siarczan barowy należy przechowywać w opakowaniach zgodnych z 4.1, w suchych pomieszczeniach.

Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 5.

4.3. Transport. Siarczan barowy w opakowaniu jak w 4.1 należy przewozić krytymi środkami transportowymi. W czasie transportu worki należy zabezpieczyć przed przesuwaniami i wzajemnym uszkodzeniem.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 3 maja 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1977 r.

(Dz. Norm. i Mjar nr 14/1976 poz. 48)

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl. 2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Grupa badań	
	pełne	niepełne
a) Oględziny zewnętrzne	+	+
b) Oznaczanie zawartości siarczanu barowego	+	+
c) Oznaczanie zawartości wody	+	+
d) Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie	+	+
e) Oznaczanie pH zawiesiny wodnej	+	+
f) Oznaczanie odsiewu	+	+
g) Oznaczanie białości	+	+
h) Oznaczanie liczby olejowej	+	+
i) Oznaczanie masy nasypowej	+	+
j) Oznaczanie zawartości żelaza	+	+
k) Oznaczanie zawartości miedzi	+	+
l) Oznaczanie zawartości manganu	+	+
l) Oznaczanie zawartości strat po prażeniu	+	+

+ oznacza obowiązek przeprowadzania badań.

Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii.

Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi nie więcej niż 30 ton siarczanu barowego jednego gatunku, przeznaczony dla jednego odbiorcy.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500.

Z każdej partii produktu podlegającego odbiorowi w zależności od liczności partii należy wybrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 3.

Tablica 3

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
161 ÷ 250	10
powyżej 250	10

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobrać dwie próbki, każda o masie co najmniej 100 g. Próbkę należy pobrać zgłębnikiem wg PN-74/C-60008, rys. 14, 15 lub 16 z trzech czwartych głębokości opakowania. Średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g należy przygotować wg PN-67/C-04500.

Dopuszcza się pobieranie próbek w czasie pa-

kowania produktu do worków w równych odstępach czasu ustalonych w zależności od wielkości partii. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać przez okres jednego miesiąca.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oględziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu postaci, barwy oraz nieobecności zanieczyszczeń obcymi substancjami.

Badanie przeprowadza się przez oględziny nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Oznaczanie zawartości siarczanu barowego

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+4.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. 0,5000 g badanego siarczanu barowego, uprzednio wysuszonego w temperaturze 100°C do stałej masy, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 100 cm³ wody destylowanej, 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego, 10 cm³ roztworu kwasu solnego i gotować przez 10 min.

Zawiesinę pozostawić do odstania przez 2 godz., po czym osad odsączyć przez sączek twardy i przemyć wodą do zaniku reakcji na jon chlorokowy. Sączek z osadem wysuszyć, spalić, wyprażyć. Po wyprażeniu osad zwilżyć kroplą roztworu kwasu siarkowego i ponownie wyprażyć do stałej masy w temperaturze 900°C i zważyć po ostudzeniu w eksykatorze.

Procentową zawartość siarczanu barowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru:

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

w którym:

m_1 — masa wyprażonego osadu siarczanu barowego, g,

m — masa naważki siarczanu barowego, g.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5% wyniku mniejszego.

5.4.3. Oznaczanie zawartości wilgoci należy wykonać wg PN-71/C-04401 p. 2.5.

5.4.4. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego siarczanu barowego przemieścić ilościowo do kolby stożkowej pojemności 250 cm³. Oznaczanie przeprowadzić wg PN-71/C-04401, p. 2.6.

5.4.5. Oznaczanie pH zawiesiny wodnej. Oznaczanie należy wykonać zgodnie z PN-71/C-04401 p. 2.7, z dokładnością do 0,2 pH.

Do oznaczania pH dopuszcza się stosowanie uniwersalnego papierka wskaźnikowego.

Do badań rozjemczych należy stosować pehametr.

5.4.6. Oznaczanie odsiewu. Do wykonania analizy należy odważyć 25,00 g. Oznaczanie wykonać wg PN-71/C-04401 p. 2.4, stosując sita z siatką tkaną z drutu fosforobrazowego, o długości boku oczka kwadratowego 0,063 mm (10 000 oczek/cm²) oraz wodę jako ciecz wymywiająca.

5.4.7. Oznaczanie stopnia białości

5.4.7.1. Aparatura. Leukometr firmy Zeiss VEB Jena z kompletnym wyposażeniem.

5.4.7.2. Przygotowanie próbki do oznaczania. Badany siarczan barowy uprasować za pomocą ubijacza do pierścienia będącego częścią leukometru tak, aby powierzchnia była gładka, bez rys i wgłębień oraz bez połysku.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. Wzorzec białości umieścić w uchwycie na próbkę i ustalić wartości normalne przyrządu dla filtru czerwonego i niebieskiego według instrukcji.

Następnie zdjąć wzorzec, włożyć przygotowaną próbkę siarczaniu barowego i ustalić wartość remisji przy pracy z filtrem czerwonym (R) i niebieskim (B). Wartości te ustala się postępując zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu przez naciśnięcie przycisku i doprowadzenie obrazu nitki na skali do równowagi.

Wyniki odczytuje się bezpośrednio w procentach na skali bębna pomiarowego.

5.4.7.4. Obliczanie wyników wykonać zgodnie z PN-70/C-04425 p. 2.3.2.5.

5.4.8. Oznaczanie liczby olejowej należy wykonać wg PN-71/C-04401 p. 2.8.

5.4.9. Oznaczanie masy nasypowej należy wykonać zgodnie z PN-71/C-04401, p. 2.3. Sposób wykonania wg PN-71/C-04401 p. 2.3.5.

Masę nasypową pigmentu po otrząsaniu (X_2) należy obliczyć w kg/dm³ wg wzoru:

$$X_2 = \frac{m}{V}$$

w którym:

m — masa odważki pigmentu badanego, g,

V — objętość badanego pigmentu odczytana na podziałce cylindra, cm³.

5.4.10. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.10.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-75/C-04521, arkusz 02.

5.4.10.2. Wykonanie oznaczania. 2,000 g badanej próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 5 cm³ roztworu kwasu solnego, 50 cm³ wody i gotować pod przykryciem przez 1 godz. Zawiesinę schłodzić i przesączyć przez twardy sączek, zbierając przesącz do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Dalej postępować wg PN-75/C-04521/02 p. 7.

5.4.11. Oznaczanie zawartości miedzi

5.4.11.1. Odczynniki i roztwory przygotować wg PN-68/C-04538.

5.4.11.2. Wykonanie oznaczania. 2,000 g badanej próbki umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 5 cm³ roztworu kwasu solnego, 20 cm³ wody i gotować pod przykryciem przez 20 min. Zawiesinę przesączyć przez twardy sączek, zbierając roztwór do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³ z korkiem szlifowanym.

Roztwór zobojętnić roztworem amoniaku do $pH = 8$ wobec papierka uniwersalnego i dalej postępować wg PN-68/C-04538 p. 2.7.

5.4.12. Oznaczanie zawartości manganu

5.4.12.1. Zasada oznaczania polega na utlenieniu manganu do nadmanganianu i oznaczaniu za pomocą miareczkowania kolorymetrycznego.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).
- Azotan srebrowy cz.d.a., 1-procentowy roztwór.
- Nadsiarczan amonowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

Roztwór wzorcowy zawierający mangan (Mn^{7+}), przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.32. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg Mn^{7+} .

5.4.12.3. Wykonanie oznaczania. 5,000 g badanej próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 30 cm³ mieszaniny kwasów, składającej się z 200 cm³ wody, 2 cm³ kwasu siarkowego, 1 cm³ kwasu azotowego wymieszać i zagotować.

Roztwór przesączyć przez twardy sączek, osad przemyć dwukrotnie używając do tego celu około 100 cm³ gorącej wody. Przesącz odparować aż do ukazania się dymów kwasu siarkowego, ochłodzić, dodać 20 cm³ wody, 20 cm³ kwasu azotowego i roztwór zagotować. Do tak przygotowanego roztworu dodać 5 cm³ roztworu azotanu srebrowego, 10 cm³ roztworu nadsiarczaniu amonowego. Otrzymany roztwór zagotować, ochłodzić i przelanie do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³. Do takiego samego cylindra odmierzyć 70 cm³ wody i takie same ilości odczynników jak w próbie badanej i z mikrobiurety dodawać wzorcowy roztwór manganu do wyrównania zabarwienia w obu cylindrach. Po każdym dodatku roztworu wzorcowego zawartość cylindra dokładnie wymieszać.

Zabarwienie roztworu należy obserwować z góry na białym tle. Ostateczne porównanie przeprowadzić po rozcieńczeniu wodą zawartości obu cylindrów do jednakowej objętości.

Zawartość manganu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0001 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość wzorcowego roztworu manganu zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,0001 — masa miedzi zawarta w 1 cm^3 roztworu wzorcowego, g,

m — odważka badanej próbki, g.

5.4.12.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

5.4.13. Oznaczanie strat po prażeniu

5.4.13.1. Wykonanie oznaczania. 2,000 g badanej

próbki umieścić w tyglu porcelanowym uprzednio wyprażonym do stałej masy. Tygiel wraz z siarczanem barowym prażyć do stałej masy w piecu muflowym w temperaturze około 800°C. Straty po prażeniu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(m - m_1) 100}{m}$$

w którym:

m — odważka badanej próbki, g,

m_1 — masa wyprażonej pozostałości, g.

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

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne TARNOWSKIE GÓRY oraz I.F.i.L. w Gliwicach.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6016-19

a) obniżono zawartość głównego składnika w gat. I z 98% do 97%,

b) wprowadzono oznaczanie masy nasypowej.

3. Normy związane

PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

PN-70/C-04425 Pigmenty i wypełniacze do wyrobów lakierych. Wyznaczanie białości.

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

PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2' — dwupirydylu

PN-68/C-04538 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości miedzi

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

PN-74/C-60608 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

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

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

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

4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

Anaglia BS 1795 1965 Extenders for paints

Francja NF T 31-103 Sulfate de baryum artificiel précipité pour l'industrie des peintures

RFN DIN 55 911 Barium sulfate. Technische Lieferbedingungen

ISO (DIS) 3262 1974 r. Extenders for paints