

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Odczynniki Węglan barowy	6191-76
		Zamiast BN-69/6191-76
		Grupa katalogowa X 51 <sup>1)</sup>

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węglan barowy, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan barowy ma:

- a) wzór chemiczny  $BaCO_3$ ,  
b) masę cząsteczkową 197,36.

1.2. Normy związane

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-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

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

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

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 przygotowywania średniej próbki laboratoryjnej

PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

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

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

<sup>1)</sup> Symbole wg SWW dla odczynnika:

- 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 węglanu barowego:

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu barowego czystego:

WĘGLAN BAROWY cz. BN-74/6191-76

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan barowy powinien mieć postać proszku lub kawałków barwy białej, nierozpuszczalnych w wodzie, łatwo rozpuszczalnych w kwasach mineralnych.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość węglanu barowego ( $BaCO_3$ ), %, nie mniej niż	99,0	99	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, nie więcej niż	0,01	0,02	0,1
c) Rozpuszczalnych w wodzie wodorotlenków i węglanów ( $OH^-$ ), %, nie więcej niż	0,02	0,02	0,05
d) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,005
e) Siarczków ( $S^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,001
f) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002	0,01
g) Żelaza (Fe), %, nie więcej niż	0,001	0,001	0,002
h) Wapnia i strontu (Ca+Sr), %, nie więcej niż	0,25	0,25	0,5
i) Sodiu i potasu (K+Na), %, nie więcej niż	0,05	0,1	0,25
j) Metali ciężkich (Pb), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,002

## Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 4 lutego 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1974 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 12/1974 poz. 34)

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Węglan barowy należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001 oraz z aktualnie obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów trujących.

Rodzaj opakowania jednostkowego: słoiki szklane 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 wg PN-70/P-79005.

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 opakowań wg PN-64/O-79021.

#### 5. BADANIA

##### 5.1. Rodzaje badań

- ogłędziny zewnętrzne (3.1),
- oznaczanie zawartości węglanu barowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2.b),
- oznaczanie zawartości rozpuszczalnych w wodzie wodorotlenków i węglanów (3.2c),
- oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2d),
- oznaczanie zawartości siarczków (3.2e),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2f),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
- oznaczanie zawartości wapnia i strontu (3.2h),
- oznaczanie zawartości sodu i potasu (3.2i),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2j).

**5.2. 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 300 g.

##### 5.3. Opis badań

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

**5.3.2. Oznaczanie zawartości węglanu barowego - metoda objętościowa**

**5.3.2.1. Odczynniki i roztwory.** Odczynniki i roztwory przygotowane zgodnie z PN-68/C-04950.

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,3000 g próbki rozpuścić w 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i rozcieńczyć wodą do 100 cm<sup>3</sup>. Dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04950 p. 2.8.1.

Zawartość węglanu barowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,00985}{G} \cdot 100$$

w którym:

- $V_1$  - objętość dokładnie 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 $G$  - odważka próbki, g,  
 0,00985 - ilość węglanu barowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> dokładnie 0,05m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

Przy miareczkowaniu jako punkt odniesienia zmiany zabarwienia stosować roztwór porównawczy zawierający w tej samej objętości co badany roztwór 20 cm<sup>3</sup> roztworu wersenianu dwusodowego, 6 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i fluorekson.

##### 5.3.3. Oznaczanie zawartości węglanu barowego - metoda wagowa (rozjemcza)

###### 5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 0,5000 g próbki rozpuścić w 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do 100 cm<sup>3</sup>, roztwór ogrzać do wrzenia. Do gorącego roztworu dodać kroplami 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i pozostawić wytrącony osad siarczanu barowego na 4 godz. Osad odsączyć przez bezpopiołowy sączek, przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, sączek wraz z osadem przenieść do tygla porcelanowego uprzednio wyprażonego do stałej masy, wysuszyć, spopielić i wyprażyć. Dowyprażonego osadu dodać dwie krople roztworu kwasu siarkowego i ponownie wyprażyć do stałej masy.

Zawartość głównego składnika ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{G_1 \cdot 0,8455}{G} \cdot 100$$

w którym:

- $G_1$  - masa wyprażonego osadu, g,  
 $G$  - odważka badanego węglanu barowego, g,  
 0,8455 - współczynnik przeliczeniowy masy BaSO<sub>4</sub> na BaCO<sub>3</sub>.

##### 5.3.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym

###### 5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. roztwór 10-procentowy.
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 25,00 g próbki rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia i przesączyć przez uprzednio wyprażony do stałej masy tygiel z dnem porowatym G4. Pozostałość w tyglu przemyć gorącą wodą do zaniku jonów chlorkowych (próba z azotanem srebra) i wysuszyć do stałej masy w temperaturze 105 ± 110°C.

Masa wysuszonej pozostałości powinna wynosić nie więcej niż:

- dla gatunku ch.cz. - 2,5 mg,  
 dla gatunku cz.d.a. - 5 mg,  
 dla gatunku cz. - 25 mg.



### 5.3.5. Oznaczanie zawartości rozpuszczalnych wodorotlenków i węglanów

#### 5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla przygotowana zgodnie z PN-68/C-06500 p. 2.2.37.  
 b) Kwas solny cz.d.a. roztwór 0,2n.  
 c) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 5,000 g próbki mieszać z 50 cm<sup>3</sup> wody w ciągu 5 min i roztwór przesączyć 30 cm<sup>3</sup> przesącza przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem kwasu solnego do zaniku różowej barwy roztworu.

Zawartość rozpuszczalnych wodorotlenków i węglanów (OH<sup>-</sup>) (X<sub>2</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot 0,0003 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- V<sub>2</sub> - objętość dokładnie 0,02n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,  
 G - odważka próbki, g,  
 0,0003 - ilość OH<sup>-</sup> odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> dokładnie 0,02n roztworu kwasu solnego, g.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczków

#### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.  
 b) Octan ołowiawy, roztwór alkaliczny przygotowany w następujący sposób: do 2 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu octanu ołowiawego dodawać 15-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego do chwili całkowitego rozpuszczenia się osadu.  
 c) Roztwór wzorcowy siarczku przygotowany zgodnie z PN-68/C-06500 p. 3.2.1.43 a) rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 99 . 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg S<sup>2-</sup>.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,000 g próbki rozpuścić w mieszaninie zawierającej 8 cm<sup>3</sup> wody i 2 cm<sup>3</sup> lodowatego kwasu octowego. Do otrzymanego roztworu dodać 0,3 cm<sup>3</sup> alkalicznego roztworu octanu ołowiawego.

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

- dla gatunku ch.cz. - 0,005 mg S<sup>2-</sup>,  
 dla gatunku cz.d.a. - 0,005 mg S<sup>2-</sup>,  
 dla gatunku cz. - 0,01 mg S<sup>2-</sup>.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego

#### 5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Odczynniki i roztwory przygotowane zgodnie z PN-68/C-04527 p. 2.4.2.  
 b) Roztwór wzorcowy azotu rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 99 . 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg N.  
 c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,000 g próbki rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i 4 cm<sup>3</sup> 2-procentowego roztworu kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia, gotować przez 1 min i następnie ochłodzić. Schłodzony roztwór przenieść do kolby kulistej aparatu, rozcieńczyć do 150 cm<sup>3</sup> wodą i dalej postępować jak podano w PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

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

- dla gatunku ch.cz. - 0,02 mg N,  
 dla gatunku cz.d.a. - 0,04 mg N,  
 dla gatunku cz. - 0,10 mg N.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości chlorków

#### 5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Odczynniki i roztwory przygotowane zgodnie z PN-68/C-04518 p. 2.3.  
 b) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 1,000 g próbki dla gatunku ch.cz. i cz.d.a. a 0,500 g próbki dla gatunku cz. rozpuścić w mieszaninie zawierającej 10 cm<sup>3</sup> wody i 3,5 cm<sup>3</sup> 25-procentowego roztworu kwasu azotowego. Jeżeli roztwór jest mętny, przesączyć przez sączek przemyty 1-procentowym gorącym roztworem kwasu azotowego i dalej postępować jak podano w PN-68/C-04518 p. 2.4.

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

- dla gatunku ch.cz. - 0,01 mg Cl<sup>-</sup>,  
 dla gatunku cz.d.a. - 0,02 mg Cl<sup>-</sup>,  
 dla gatunku cz. - 0,05 mg Cl<sup>-</sup>.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory. Odczynniki i roztwory przygotowane zgodnie z PN-68/C-04521 p. 2.5.2.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. 0,5000 g próbki rozpuścić w 3,7 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i dalej postępować jak podano w PN-68/C-04521 p. 2.5.3.2.

Barwa badanego roztworu nie powinna być intensywniejsza od zabarwienia roztworu wzorcowego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym i zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla gatunku ch.cz. - 0,005 mg Fe,  
 dla gatunku cz.d.a. - 0,005 mg Fe,  
 dla gatunku cz. - 0,01 mg Fe.

### 5.3.10. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych (K + Na)

5.3.10.1. Aparatura. Fotometr lub spektrofotometr płomieniowy z kompletnym wyposażeniem.

#### 5.3.10.2. Odczynniki i roztwory.

- a) Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04953.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. Do 0,1000 g próbki dodać 0,25 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać. Dalej postępować wg PN-68/C-04953.

5.3.11. Oznaczanie zawartości metali ziem alkalicznych (Ca + Sr)

5.3.11.1. Aparatura. Fotometr lub spektrofotometr płomieniowy z kompletnym wyposażeniem.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a) Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04953.

b) Alkohol etylowy cz.d.a. absolutny.

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.3.11.3. Wykonanie oznaczania. 5,000 g próbki rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i roztwór odparować do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w małej ilości wody, odparować do sucha i suszyć w temperaturze 105°C przez 3 godz. Wysuszoną pozostałość wymieszać z 20 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego i po 30 min roztwór przesączyć przez su-

chy sączek. Osad na sączku przemyć trzykrotnie porcjami każda po 5 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego, łącząc otrzymane przesącze z roztworem podstawowym. Otrzymany roztwór odparować do sucha na łaźni wodnej, a pozostałość rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup> i dopełnić wodą do kreski. Dalej postępować wg PN-68/C-04953.

5.3.12. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

5.3.12.1. Odczynniki i roztwory. Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04515.

5.3.12.2. Wykonanie oznaczania. 2,000 g próbki rozpuścić w mieszaninie 8 cm<sup>3</sup> wody i 2 cm<sup>3</sup> kwasu octowego. Po całkowitym rozpuszczeniu dodać wody do objętości 25 cm<sup>3</sup>, 1 cm<sup>3</sup> roztworu octanu amonowego i 10 cm<sup>3</sup> wody siarkowodorowej.

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

dla gatunku ch.cz. - 0,01 mg Pb,

dla gatunku cz.d.a. - 0,02 mg Pb,

dla gatunku cz. - 0,04 mg Pb.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-74/6191-76

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6191-76

- a) wprowadzono gatunek ch.cz.,  
b) zmieniono metody oznaczania zawartości węglanu barowego, wapnia, strontu, sodu i potasu.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 2110-69 Реактивы. Углекислый барий

3. Odpowiedniki w normach zagranicznych  
ZSRR ГОСТ 5816-67 Реактивы. Углекислый барий