

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84 6016-37
	Azotan barowy techniczny	Zamiast BN-74/6016-37
		Grupa katalogowa 1014

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest azotan barowy techniczny otrzymywany w wyniku reakcji węgla barowego z kwasem azotowym.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Azotan barowy znajduje zastosowanie w przemyśle szklarskim — do wyrobu szkła optycznego i technicznego, w przemyśle pirotechnicznym — do wyrobu ogni sztucznych, chemicznym — do produkcji tlenku i nadtlenu barowego.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki azotanu barowego, oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.2. Przykład oznaczenia azotanu barowego technicznego, gatunku I:

AZOTAN BAROWY TECHNICZNY I
BN-84/6016-37

3. WYMAGANIA

Wymagania dla azotanu barowego podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Postać	drobnokrystaliczny proszek, rozpuszczalny w wodzie, bez zanieczyszczeń obcych	
b) Barwa	biała z dopuszczalnym odcieniem żółtym lub szarym	
c) Zawartość azotanu barowego Ba(NO ₃) ₂ , %, co najmniej	99,0	98,6
d) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,1	0,3
e) Zawartość chlorków w przeliczeniu na BaCl ₂ , %, najwyżej	0,08	0,1

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
f) Zawartość żelaza (Fe ²⁺), %, najwyżej	0,001	0,005
g) Zawartość wody, %, najwyżej	0,5	0,5
h) pH roztworu wodnego	6 ÷ 8	6 ÷ 8
i) Przesiew przez sito o boku oczek kwadratowych 0,63 mm, % ¹⁾	100	nie normalizuje się

¹⁾ Obowiązuje tylko po uzgodnieniu między dostawcą i odbiorcą.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Azotan barowy techniczny należy pakować w worki z folii polietylenowej wg BN-77/6414-06, zamykane przez zgrzewanie, lub w worki papierowe pięciowarstwowe, w tym jedna wkładka bitumiczna wg PN-76/P-79005, zamykane przez zszywanie w ilości po 50 kg netto. Dopuszcza się inny rodzaj opakowania, uzgodniony między dostawcą i odbiorcą, zabezpieczający jakość produktu w nie mniejszym stopniu oraz o wymiarach wg PN-78/O-79021, a także zgodny z przepisami przewozowymi dla materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis, zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) masę netto,
- d) numer partii lub datę produkcji,
- e) napis „Trucizna“ i znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79252 p. 2.3.8 dla materiałów trujących oraz napis „Zapalne materiały“ i znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79252 p. 2.3.7.

W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach 800 × 1200 — EUR wg PN-81/M-78216.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 12 lipca 1984 r
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1985 poz. 3)

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.2. Przechowywanie. Azotan barowy należy przechowywać w opakowaniach zgodnych z 4.1 w suchych pomieszczeniach. Liczba warstw worków ułożonych płasko nie powinna przekraczać 5.

4.3. Transport. Azotan barowy należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportu kolejowego i drogowego, zgodnie z przepisami dotyczącymi przewozu materiałów niebezpiecznych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie postaci i barwy (3.1a i 3.1b),
- oznaczanie zawartości azotanu barowego (3.1c),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.1d),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.1e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.1f),
- oznaczanie zawartości wody (3.1g),
- pomiar pH roztworu wodnego (3.1h),
- oznaczanie przesiewu (3.1i).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi nie więcej niż 30 t azotanu barowego jednego gatunku.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady podane w PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu podlegającej odbiorowi należy pobrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania 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 próbkę pierwotną o masie co najmniej 200 g. Próbkę należy pobrać próbnikiem nr 5 lub 6 wg PN-74/C-60008 z $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g należy przygotować wg PN-67/C-04500. Dopuszcza się pobieranie próbek w czasie pakowania produktu do worków w równych odstępach czasu, ustalonych w zależności od wielkości partii.

5.4. Opis badań

5.4.1. Postanowienia ogólne. Podczas analiz, jeśli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.4.2. Sprawdzanie postaci i barwy wykonać wizualnie nieuzbrojonym okiem.

5.4.3. Oznaczanie zawartości azotanu barowego

5.4.3.1. Zasada oznaczania polega na wytrąceniu jonów Ba^{2+} w postaci siarczanu barowego, w środowisku

rozcieńczonego kwasu solnego. Wytrącony siarczan barowy, po dokładnym przemyciu i przesączeniu, praży się w temperaturze 800°C.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Azotan srebra, roztwór o $c(AgNO_3) = 0,1$ mol/l.
- Kwas siarkowy, roztwór 1+4.
- Kwas solny, roztwór 1+4.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 5 g próbki odważyć z dokładnością do 0,0002 g i rozpuścić w 200 ml wody w zlewce pojemności 400 ml, podgrzewając roztwór do wrzenia. Zawartość zlewki ochłodzić, przelanie do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, rozcieńczyć wodą do kreski i starannie wymieszać. Roztwór przesączyć przez suchy, twardy sączek bezpopiołowy do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu (około 20 ml). Za pomocą pipety odmierzyć 50,0 ml badanego roztworu do zlewki pojemności 400 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 100 ml, dodać 5 ml roztworu kwasu solnego, podgrzać do wrzenia i przy ciągłym mieszaniu dodać 10 ÷ 20 ml roztworu kwasu siarkowego. Następnie zlewkę z roztworem ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze około 60°C przez 4 h. Wytrącony osad odsączyć na twardym sączku bezpopiołowym i przemyć gorącą wodą do ujemnej reakcji przesączu na jon chlorkowy (próba z azotanem srebra).

Sączek z osadem umieścić w porcelanowym tyglu, uprzednio wyprażonym do stałej masy, wysuszyć, spalić w niskiej temperaturze przy dobrym dostępie powietrza i wyprażyć w temperaturze 800°C do stałej masy. Osad w tyglu zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość azotanu barowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 1,1198 \cdot 500 \cdot 100}{m_2 \cdot 50} = \frac{m_1 \cdot 1119,8}{m_2} \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa wyprażonego osadu, g,

m_2 — masa odważki próbki, g,

1,1198 — współczynnik przeliczeniowy $BaSO_4$ na $Ba(NO_3)_2$.

5.4.3.4. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,4%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.4.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczaniu azotanu barowego w gorącej wodzie, odsączeniu nierozpuszczalnej pozostałości i wysuszeniu w temperaturze 105 ÷ 110°C.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. 20,00 g próbki przelanie do zlewki pojemności 500 ml, dodać 400 ml wody, następnie podgrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 70 ÷ 85°C przez 30 min, przy czym zawartość zlewki kilkakrotnie przemieszać.

Otrzymany roztwór przesączyć przez tygiel szklany o średnicy porów 5 ÷ 15 μm (tygiel G4) wysuszony w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy. Osad w tyglu przemyć wodą o temperaturze 70 ÷ 80°C, na-

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

stępnie wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy, ochłodzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa substancji nierozpuszczalnych w wodzie po wysuszeniu, g,

m_2 — masa odważki próbki, g.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.5. Oznaczanie zawartości chlorków

5.4.5.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu chlorków azotanem rtęciowym wobec dwufenylokarbazonu jako wskaźnika.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan rtęciowy, roztwór o $c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,1$ mol/l, sporządzony w następujący sposób: 16,680 g azotanu rtęciowego, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$, rozpuścić w wodzie, dodać 4 ml roztworu kwasu azotowego (1+1), dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i wymieszać.

b) Błękit bromotymolowy, roztwór o stężeniu 1 g/l w alkoholu etylowym 96%(V/V).

c) Chlorek sodowy, roztwór wzorcowy o $c(\text{NaCl}) = 0,1000$ mol/l, sporządzony w następujący sposób: 5,8443 g chlorku sodowego, wysuszonego w temperaturze 500°C przez 1 h, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

d) Dwufenylokarbazon, roztwór o stężeniu 5 g/l w alkoholu etylowym 96%(V/V).

e) Kwas azotowy, roztwór o $c(\text{HNO}_3) = 2$ mol/l.

5.4.5.3. Przygotowanie próby porównawczej do oceny punktu końcowego miareczkowania. Próbę należy przygotować w chwili wykonywania oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 500 ml odmierzyć 200 ml wody, 3 krople błękitu bromotymolowego i dodawać kroplami roztwór kwasu azotowego do zmiany zabarwienia z niebieskiego na żółte. Dodać 3 krople nadmiaru roztworu kwasu azotowego, 1 ml roztworu dwufenylokarbazonu i miareczkować roztworem azotanu rtęciowego do zmiany zabarwienia z żółtego na fioletowo-różowe.

5.4.5.4. Wyznaczanie współczynnika molarności roztworu azotanu rtęciowego. Do kolby stożkowej pojemności 500 ml odmierzyć 20,0 ml wzorcowego roztworu chlorku sodowego, dodać 150 ml wody, 3 krople roztworu błękitu bromotymolowego i kroplami roztwór kwasu azotowego do zmiany zabarwienia wskaźnika z niebieskiego na żółte. Następnie dodać jeszcze 3 krople nadmiaru roztworu kwasu azotowego oraz 1 ml roztworu dwufenylokarbazonu. Miareczkować roztwór chlorku sodowego roztworem azotanu rtęciowego do

wyrównania zabarwienia z zabarwieniem próby porównawczej.

Współczynnik molarności roztworu azotanu rtęciowego (K) obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{20}{V - V_0} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużyta do miareczkowania wzorcowego roztworu chlorku sodowego, ml,

V_0 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużytego do miareczkowania próby porównawczej wg 5.4.5.3, ml,

20 — objętość wzorcowego roztworu chlorku sodowego, odmierzona do mianowania, ml.

5.4.5.5. Wykonanie oznaczania. 20 g próbki zważyć z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 200 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 500 ml, dodać 3 krople roztworu błękitu bromotymolowego i dalej postępować wg 5.4.5.3.

Zawartość chlorków w przeliczeniu na chlorek barowy (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V - V_0) \cdot K \cdot 0,01041 \cdot 100}{m} = \frac{(V - V_0) \cdot K \cdot 1,041}{m} \quad (4)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużyta do miareczkowania badanej próbki, ml,

V_0 — objętość roztworu azotanu rtęciowego zużyta do miareczkowania próby porównawczej wg 5.4.5.3, ml,

K — współczynnik molarności roztworu azotanu rtęciowego wyznaczony wg 5.4.5.4,

m — masa odważki próbki, g,

0,01041 — ilość chlorku barowego odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu rtęciowego o $c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 0,1000$ mol/l, g.

5.4.5.6. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.6. Oznaczanie zawartości żelaza wykonać metodą kolorymetryczną, z zastosowaniem 2,2-dwupirydułu wg PN-81/C-04521/02.

Roztwór próbki do badań przygotować następująco: 5,0000 g próbki rozpuścić w 50 ml wody w zlewce pojemności 200 ml, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Odpipetować 20,0 ml tego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dodać 30 ml wody, zakwasić roztworem kwasu solnego (1+1) do pH 3 (wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego), dodać 5 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i dalej oznaczenie wykonać wg PN-81/C-04521/02.

Zawartość żelaza (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(a_1 - a_0) \cdot 100 \cdot 100}{20 \cdot 5 \cdot 1000} = \frac{a_1 - a_0}{10} \quad (5)$$

w którym:

a_1 — zawartość żelaza w próbie badanej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

a_0 — zawartość żelaza w próbie kontrolnej, odczytana z krzywej wzorcowej, mg.

Dopuszcza się wizualne porównanie intensywności zabarwienia roztworu badanego i próby porównawczej zawierającej 0,010 mg żelaza w przypadku azotanu barowego gatunku I albo 0,050 mg żelaza w przypadku azotanu barowego gatunku II oraz przygotowanej równocześnie z tych samych odczynników i w ten sam sposób co roztwór badany.

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

Przy oznaczaniu wizualnym należy uznać, że produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia roztworu badanego jest mniejsza lub równa intensywności zabarwienia próby porównawczej.

5.4.7. Oznaczanie zawartości wody

5.4.7.1. Zasada oznaczania polega na suszeniu badanego azotanu barowego w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$.

5.4.7.2. Wykonanie oznaczania. Zważyć 5,0000 g badanej próbki azotanu barowego w naczynku wagowym, uprzednio wysuszonym do stałej masy. Próbę suszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy, a po wystudzeniu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Zawartość wody (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

m_1 — masa odważki próbki, g,

m_2 — masa próbki po wysuszeniu, g.

5.4.7.3. Wynik. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

5.4.8. Pomiar pH roztworu wodnego. Odważyć 10,0 g badanej próbki azotanu barowego, przenieść do zlewki pojemności 150 ml, rozpuścić w 100 ml gorącej wody. Roztwór ostudzić do temperatury otoczenia i zmierzyć pH za pomocą papierka wskaźnikowego uniwersalnego.

W przypadku badań rozjemczych pH roztworu zmierzyc pehametrem w temperaturze 20°C wg PN-77/C-04963.

5.4.9. Oznaczanie posiewu

5.4.9.1. Zasada oznaczania polega na ręcznym przesiewaniu badanej próbki azotanu barowego, wysuszonej w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$.

5.4.9.2. Przyrządy

a) Sito fosforobazowe wg PN-76/M-94001, o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,63 mm; średnica ramki sita — 100 mm.

b) Pędzelek włosiany o średnicy nasady 20 mm.

5.4.9.3. Wykonanie oznaczania. 100,00 g azotanu barowego wysuszyć w temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Po ochłodzeniu w eksykatorze przenieść na sito i lekko rozgniatając pędzelkiem grudki przesiewać w ciągu 10 min.

Przesiew powinien być całkowity.

5.5. Interpretacja wyników badań. Wyniki końcowe oznaczeń porównać z wartościami liczbowymi wymagań, stosując metodę Z wg PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię azotanu barowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki, pobranej wg 5.3, odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany przesłać na żądanie odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne TARNOWSKIE GÓRY, przy współpracy z Instytutem Chemii Nieorganicznej w Gliwicach.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/6016-37

- obniżono zawartość żelaza w gatunku II o 0,002%,
- oznaczanie odsiewu na sicie dla produktu w gatunku I uzależniono od uzgodnienia pomiędzy dostawcą i odbiorcą,
- zaktualizowano metody badań.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-81/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwi-pirydylu

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe cztero-wejściowe bez skrzydeł drewniane 800×1200 — EUR

PN-76/M-94001 Sita i siatki. Sita tkane kontrolne o oczkach kwadratowych

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-77/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. TiZK nr 4 poz. 10 z 1968 r.)

Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.) [Zgodnie z tymi przepisami azotan barowy jest zaliczany do klasy 5.1, lm 501, pkt. 7]

Przcpisy ładunkowe stanowiące załącznik II do RIV (Dz. TiZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 poz. 210 z 1971 r.)

Załącznik A i B do Umowy europejskiej dotyczący międzynarodowego przewozu drogowego towarów niebezpiecznych — ADR (Dz. U. nr 35 poz. 189 z 1975 r.) wraz z późniejszymi zmianami

4. Normy zagraniczne

Japonia JIS K 1416-1961 Barium Nitrate

NRD TGL 11979-1979 Grundchemikalien. Bariumnitrat technisch
ZSRR ГОСТ 1713-1979 Барий азотнокислый технический

5. Symbol wg SWW — 1221-231.

6. Autorzy projektu normy — mgr inż. Anna Andrzejowska, mgr inż. Jadwiga Kielak, Maria Kamionka — Zakłady Chemiczne TARNOWSKIE GÓRY oraz dr inż. Jerzy Gawłowski — Instytut Chemii Nieorganicznej w Gliwicach.