

|                                    |                             |                          |
|------------------------------------|-----------------------------|--------------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA              | BN-75                    |
|                                    | Odczynniki<br>Azotan barowy | 6191-53                  |
|                                    |                             | Zamiast<br>BN-65/6191-53 |
|                                    |                             | Grupa katalogowa X 51    |

### 1. WSTEP

Przedmiotem normy jest azotan barowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan barowy ma:

- a) wzór chemiczny  $Ba(NO_3)_2$ ,
- b) masę cząsteczkową 261,35.

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki azotanu barowego oznaczone:  
cz.d.a. - czysty do analizy,  
cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia azotanu barowego czystego do analizy:

AZOTAN BAROWY cz.d.a. BN-75/6191-53

### 3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Azotan barowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów rozpuszczalnych w wodzie i prawie nierozpuszczalnych w alkoholu.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego  
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego  
dnia 22 września 1975 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1976 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 25/1975 poz. 92)

### 3.2. Wymagania chemiczne - wg tablicy.

| Wymagania  | Gatunki |       |
|--|---------|-------|
|  | cz.d.a. | cz.   |
| a) Azotanu barowego $Ba(NO_3)_2$ , %, co najmniej                      | 99      | 99    |
| b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej                 | 0,01    | 0,02  |
| c) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, najwyżej                                    | 0,002   | 0,005 |
| d) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, najwyżej                                   | 0,0005  | 0,001 |
| e) Metali ciężkich strąconych siarkowodorem ( $Pb^{2+}$ ), %, najwyżej | 0,001   | 0,002 |
| f) Wapnia i strontu ( $Ca^{2+} + Sr^{2+}$ ), %, najwyżej               | 0,1     | 0,2   |
| g) Sodu i potasu ( $Na^+ + K^+$ ), %, najwyżej                         | 0,05    | 0,1   |

### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Azotan 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 wg PN-72/D-79601, 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-68/0-79027. 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-64/0-79021.

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.

### 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 400 g.

## 5.2. Opis badań

5.2.1. Oględziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu nieuzbrojonym okiem postaci, barwy oraz nieobecności zanieczyszczeń mechanicznych.

### 5.2.2. Oznaczanie zawartości azotanu barowego

#### 5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- c) Kwas solny cz.d.a. (1,12) i (1,18).

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Do około 0,5 g badanego azotanu barowego odważonego z dokładności do 0,0002 g dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18) i odparować do sucha.

Następnie ponownie dodać 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18) i odparować do sucha, po czym rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór zakwasić 1 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,12), ogrzać do wrzenia i dodać 2 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, wymieszać, odstawić do ostygnięcia i całkowitego opadnięcia osadu.

Osad odsączyć przez porcelanowy tygiel do sączenia A-1 lub twardej sączonek, przemyć do zaniku reakcji na jon chlorkowy (Cl<sup>-</sup>) (próbę z roztworem azotanu srebra) i wyprażyć w temperaturze 700°C do stałej masy.

Zawartość azotanu barowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{M_1 \cdot 100 \cdot 1,1198}{M} = \frac{111,98 \cdot M_1}{M}$$

w którym:

- $M_1$  - masa wyprażonego osadu, g,
- 1,1198 - współczynnik przeliczeniowy masy siarczanu barowego na masę azotanu barowego.
- $M$  - masa badanego azotanu barowego, g,

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 25,00 g badanego azotanu barowego rozpuścić w 1 dm<sup>3</sup> wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517. Badany azotan barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,
- dla odczynnika cz. - 5,0 mg.

#### 5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>)

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

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Rozpuścić w wodzie 4,00 g badanego azotanu barowego, przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i dopełnić objętość roztworu wodą do kreski. Roztwór przesączyć przez bezpopiołowy sącdek uprzednio przemyty 1-procentowym gorącym roztworem kwasu azotowego.

Pobrać 50 cm<sup>3</sup> przesączu (2 g preparatu) 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, zawierającego w takiej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg Cl<sup>-</sup>,

dla odczynnika cz. - 0,10 mg Cl<sup>-</sup>.

#### 5.2.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>3+</sup>)

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania metodą wizualną. 4,00 g badanego azotanu barowego rozpuścić na gorąco w 30 cm<sup>3</sup> wody, przesączyć do cylindra Nesslera pojemności 150 cm<sup>3</sup>, sącdek przemyć 20 cm<sup>3</sup> wody, przesącz ostudzić, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu askorbionowego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu 2,2'-dwupirydylu. pH roztworu doprowadzić do około 4 roztworem amoniaku wobec papierka uniwersalnego.

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. - 0,02 mg Fe<sup>3+</sup>,

dla odczynnika cz. - 0,04 mg Fe<sup>3+</sup>.

5.2.5.3. Wykonanie oznaczania metodą fotokolorymetryczną (metoda arbitrażowa). Próbkę przygotować zgodnie z p. 5.2.5.2 i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04521 p. 2.4.

#### 5.2.6. Oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem (Pb<sup>2+</sup>)

##### 5.2.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04515.

**5.2.6.2. Wykonanie oznaczania.** 3,00 g badanego azotanu barowego rozpuścić w 40 cm<sup>3</sup> wody. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1. Badany azotan barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstaje po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu wzorcowego przygotowanego równocześnie z roztworem badanym i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,03 mg Pb<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz. - 0,06 mg Pb<sup>2+</sup>.

**5.2.7. Oznaczanie zawartości wapnia i strontu (Ca<sup>2+</sup> + Sr<sup>2+</sup>).** 1,00 g badanego azotanu barowego rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Dalej oznaczanie wykonać metodą płomieniowo-fotometryczną wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Jako wynik podać sumę otrzymanych wyników zawartości wapnia i strontu w procentach.

**5.2.8. Oznaczanie zawartości sodu i potasu (Na<sup>+</sup> + K<sup>+</sup>).** Oznaczanie wykonać metodą płomieniowo-fotometryczną wg PN-68/C-04953 p. 2.6. Do oznaczania użyć próbkę przygotowaną wg p. 5.2.7. Jako wynik podać sumę otrzymanych wyników zawartości sodu i potasu w procentach.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne "Tarnowskie Góry".

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/6191-53

- a) wprowadzono oznaczanie małych zawartości zanieczyszczeń,
- b) wprowadzono oznaczanie zawartości Ca + Sr oraz zawartości Na + K metodą płomieniowo-fotometryczną,
- c) zrezygnowano z normalizowania zawartości metali alkalicznych (w postaci siarczanów),
- d) wprowadzono oznaczanie żelaza metodą z 2,2'-dwupirydylem.

3. Normy związane

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

- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- 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-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo - fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej
- PN-72/D-79601 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy zbijane. Wspólne wymagania
- PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań
- PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
- PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
- EN-70/6414-06 Opakowanie transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane

#### 4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 427 - 73 Реактивы. Барий азотнокислый