



WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Odczynniki Wodorotlenek barowy	6191-54
		Zamiast BN-70/6191-54
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest wodorotlenek barowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Wodorotlenek barowy ma:

- a) wzór chemiczny $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$,
- b) masę cząsteczkową 315,48 (1961 r.).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki wodorotlenku barowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia wodorotlenku barowego czystego do analizy:

WODOROTLENEK BAROWY cz.d.a. BN-75/6191-54

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Wodorotlenek barowy powinien mieć postać bezbarwnych lub białych kryształów, rozpuszczalnych w świeżo przegotowanej i ostudzonej wodzie (wolnej od dwutlenku węgla), słabo rozpuszczalnych w alkoholu.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
 Ustanowiona przez Dyrektora ZPN dnia 20 grudnia 1975 r. jako norma
 obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1976 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 5/1976 poz. 14)

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Wodorotlenku barowego $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$, $\%$, co najmniej	97	95
b) Węglanów (BaCO_3), $\%$, najwyżej	2	3
c) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, $\%$, najwyżej	0,005	0,05
d) Chlorków (Cl^-), $\%$, najwyżej	0,002	0,005
e) Siarczków (S^{2-}), $\%$, najwyżej	0,0005	0,001
f) Żelaza (Fe), $\%$, najwyżej	0,0005	0,001
g) Metali ciężkich (Cu), $\%$, najwyżej	0,0005	0,001
h) Metali alkalicznych (w postaci siarczanów), $\%$, najwyżej	0,05	0,1

1. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Wodorotlenek 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, albo z innego tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: 25, 100, 250, 500, 1000, 2500 i 5000 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 800×1200 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 720 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 wodorotlenku barowego

5.2.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a., roztwór 1 N.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1 N.

5.2.2.2. Wykonanie oznaczania. 5,000 g badanego wodorotlenku barowego odważyć w naczyniu wagowym, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ i rozpuścić w 200 cm³ wody.

Do roztworu dodać 6 ÷ 8 kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkować kwasem solnym do zaniku różowego zabarwienia roztworu. Do zmiareczkowanego roztworu dodać 10 cm³ kwasu solnego, roztwór ogrzać do wrzenia, ochłodzić, dodać 1—2 kropli roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do żółtego zabarwienia roztworu.

Zawartość wodorotlenku barowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,15775 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V — objętość ściśle 1 N roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania w obecności fenoloftaleiny, cm³,

m — odważka badanego wodorotlenku barowego, g,

0,15775 — ilość wodorotlenku barowego, Ba(OH)·8H₂O, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1 N roztworu kwasu solnego, g.

Zawartość węglanu barowego (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,09868 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 1 N roztworu kwasu solnego dodana do roztworu odmiareczkowanego w obecności fenoloftaleiny, cm³,

V_2 — objętość ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego, użyta do miareczkowania, cm³,

m_1 — odważka badanego wodorotlenku barowego, g,

0,09868 — ilość węglanu barowego (BaCO₃) odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1 N roztworu kwasu solnego, g.

5.2.3. Oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w kwasie solnym

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1 N.
- Kwas solny cz.d.a. (1,19).

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. 100,00 g wodorotlenku barowego gat. cz.d.a. umieścić w zlewce pojemności 1000 cm³, rozpuścić w 750 cm³ wody i 60 cm³ kwasu solnego lub 25,00 g wodorotlenku barowego gat. cz., umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, rozpuścić w 250 cm³ wody i 15 cm³ kwasu solnego.

Zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać przez 1 godz na łaźni wodnej, przesączyć roztwór przez tygiel G4, uprzednio wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Pozostałość na filtrze przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji na chlorki (próba z azotanem srebrowym) i wysuszyć w temperaturze $105 \pm 110^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonej pozostałości, g,

m_2 — odważka badanego wodorotlenku barowego, g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków

5.2.4.1. **Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04518 oraz kwas azotowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.2.4.2. **Wykonanie oznaczania.** 0,5000 g badanego wodorotlenku barowego rozpuścić w 40 cm³ wody i 3 cm³ roztworu kwasu azotowego.

Gdyby roztwór był mętny, należy go przesączyć przez sącdek uprzednio wymyty gorącym 1-procentowym roztworem kwasu azotowego od jonów Cl⁻. W roztworze oznaczać chlorki wg PN-68/C-04518 sposób A.

Badany wodorotlenek barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 20 min opalescencja roztworu nie będzie intensywniejsza od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz

dla odczynnika cz.d.a. 0,01 mg Cl⁻

dla odczynnika cz. 0,025 mg Cl⁻.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczków

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy cz.d.a., roztwór 0.1 N.

b) Kwas octowy lodowaty cz.d.a.

c) Roztwór wzorcowy zawierający siarczki (S²⁻) przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.43, rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg S²⁻.

5.2.5.2. **Wykonanie oznaczania.** 2000 g badanego wodorotlenku barowego rozpuścić w 15 cm³ wody i 5 cm³ kwasu octowego. Po rozpuszczeniu, jeżeli potrzeba, roztwór przesączyć, natychmiast dodać 1 cm³ roztworu azotanu srebrowego i wymieszać.

Badany wodorotlenek barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 5 min zabarwienie roztworu badanego, obserwowane na tle mlecznego szkła, nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg S²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg S²⁻,

ilość chlorków w miligramach oznaczoną wg 5.2.4 (w przeliczeniu na 2 g badanego preparatu) oraz 4 cm³ kwasu octowego i 1 cm³ roztworu azotanu srebrowego.

5.2.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe)

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521/02.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania metodą wizualną. 5,0000 g badanego wodorotlenku barowego rozpuścić w 30 cm³ wody i 5 cm³ roztworu kwasu solnego. Roztwór przenieść do cylindra Nesslera pojemności 150 cm³, jeżeli roztwór jest mątny przesączyć, dodać 2 cm³ roztworu kwasu solnego, 5 cm³ roztworu kwasu askorbinowego, 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydylu i po 10 min doprowadzić pH roztworu do około 4 roztworem amoniaku wobec papierka uniwersalnego, ochłodzić. Objętość roztworu uzupełnić do 100 cm³ wodą i wymieszać.

Porównanie intensywności zabarwienia przeprowadzić po 15 min.

Badany wodorotlenek barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w sposób następujący: 5 cm³ roztworu kwasu solnego odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozostałość rozpuścić w 2 cm³ roztworu kwasu solnego i 30 cm³ wody. Roztwór przenieść do cylindra Nesslera, dodać wzorcowego roztworu żelaza w ilości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,025 mg Fe,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe,

5 cm³ roztworu kwasu askorbinowego i 5 cm³ roztworu 2,2'-dwupirydylu. Dalsze postępowanie takie jak przy próbce badanej.

5.2.6.3. Wykonanie oznaczania metodą fotokolorymetryczną. (Metoda arbitrażowa). Próbkę przygotować zgodnie z 5.2.6.2 i dalej postępować wg PN-75/C-04521/02.

5.2.7. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Woda siarkowodorowa, świeżo przygotowana wg PN-68/C-06500.

c) Roztwór wzorcowy miedzi przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.33 rozcieńczony wodą w stosunku 1+99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cu²⁺.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. 2,000 g badanego wodorotlenku barowego rozpuścić w 2,5 cm³ roztworu kwasu solnego i 5 cm³ wody. Objętość roztworu doprowadzić wodą do 20 cm³, dodać 10 cm³ wody siarkowodorowej i wymieszać.

Badany wodorotlenek barowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości 0,5 cm³ roztworu kwasu solnego, 10 cm³ wody siarkowodorowej oraz

dla odczynnika cz.d.a. 0,01 mg Cu²⁺,

dla odczynnika cz. 0,02 mg Cu².

5.2.8. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych (w postaci siarczanów).**5.2.8.1. Odczynniki i roztwory**

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

5.2.8.2. Wykonanie oznaczenia. 5,00 g badanego wodorotlenku barowego umieścić w zlewce pojemności 200 cm³ i rozpuścić w 100 cm³ wody i 7 cm³ roztworu kwasu solnego. Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać mieszając 7,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego. Po upływie 4 godz roztwór przesączyć przez twardy sączek, przemyty uprzednio trzykrotnie wodą. Przesącz zbierany do parownicy platynowej uprzednio wyważony do stałej masy odparować do sucha na łaźni wodnej, a później na łaźni piaskowej. Pozostałość wyprażyć do stałej masy w temperaturze 500 ÷ 600°C. Sumę metali alkalicznych (w postaci siarczanów) (X₄) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

- m₂ — masa wyprażonej pozostałości, g,
 m₃ — odważka badanego wodorotlenku barowego, g.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

40000000323309

- Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne, Tarnowskie Góry.
- Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6191-54
 - w gat. cz. obniżono zawartość żelaza z 0,005% do 0,001% oraz zawartość metali ciężkich (Cu) z 0,002% do 0,001%,
 - wprowadzono oznaczenie żelaza metodą z 2,2'-dwupirydylem.
- Normy związane
 - PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
 - PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
 - 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-63/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
 - PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
 - BN-70/614-66 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane
- Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe
 - ZSRR ГОСТ 4107-65 Реактивы. Бария гидрат окиси
 - RWPG PC 1465-68 Реактивы. Бария гидрат окиси

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
Politechniki Warszawskiej

BN. 001877