

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Kwas fluorokrzemowy techniczny	6014-07
		Grupa katalogowa X 12

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas fluorokrzemowy techniczny, otrzymywany przez absorpcję w wodzie gazów wydzielających się przy produkcji superfosfatu i przy zateżaniu kwasu fosforowego ekstrakcyjnego. Kwas fluorokrzemowy techniczny jest surowcem do otrzymywania kwasu fluorowodorowego, fluorku glinowego, fluorokrzemianu sodowego itp.

Wzór chemiczny: H_2SiF_6 .

Masa cząsteczkowa: 144,106.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości kwasu fluorokrzemowego rozróżnia się dwa gatunki oznaczone I i II.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu fluorokrzemowego technicznego gat. I:

KWAS FLUOKRZEMOWY TECHNICZNY I
BN-76/6014-07 SWW 1221-422

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas fluorokrzemowy techniczny powinien być cieczą bezbarwną, z dopuszczalnym zabarwieniem żółtawozielonkawym, opalizującą lub zawierającą białą zawiesinę.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl.1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) zawartość kwasu fluorokrzemowego (H_2SiF_6), %, nie mniej niż	18	15
b) zawartość krzemionki (SiO_2), %, nie więcej niż	5	10
c) zawartość żelaza (Fe), %, nie więcej niż	0,015	0,015
d) zawartość siarczanów (H_2SO_4), %, nie więcej niż	0,1	0,1
e) zawartość fosforanów (P_2O_5), %, nie więcej niż	0,1	0,5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas fluorokrzemowy techniczny należy dostarczać w wygumowanych cysternach. Do każdej cysterny należy dołączyć specyfikację zawierającą co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii lub datę produkcji,
- masę brutto lub netto,
- znak ostrzegawczy dla substancji trujących i żrących wg PN-67/O-79251 p. 2.3.5.

4.2. Przechowywanie. Kwas fluorokrzemowy techniczny należy przechowywać w zamkniętych wygumowanych zbiornikach.

4.3. Transport. Kwas fluorokrzemowy techniczny należy przewozić w cysternach wygumowanych zgodnie z Przepisami o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych oraz Rozporządzeniem Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych.

5. BADANIA

5.1. Program badań — wg tabl.2.

Tablica 2

Rodzaje badań	Grupa badań	
	pełne	niepełne
a) sprawdzanie wyglądu	+	+
b) oznaczanie zawartości kwasu fluorokrzemowego (H_2SiF_6), %	+	+
c) oznaczanie zawartości krzemionki (SiO_2), %	+	+
d) oznaczanie zawartości żelaza (Fe), %	+	
e) oznaczanie zawartości siarczanów (H_2SO_4), %	+	
f) oznaczanie zawartości fosforanów (P_2O_5), %	+	

Znak „+” oznacza konieczność wykonania badań.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego
dnia 4 sierpnia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 kwietnia 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 21/1976 poz. 82)

Badania niepełne przeprowadza się dla każdej partii. Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi jedna cysterna kwasu fluorokrzemowego technicznego.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Próbki pierwotne należy pobierać próbnikiem 2 lub 3 z polichlorku winylu wg PN-74/C-60008 lub za pomocą pompki ręcznej z polipropylenu, z całej wysokości słupa cieczy, zachowując jak najdalej idącą ostrożność. Co najmniej 2 próbki pierwotne o objętości co najmniej po 100 cm³ należy wlać do czystego, suchego naczynia z tworzywa sztucznego. Próbkę ogólna powinna mieć objętość co najmniej 3 dm³. Próbkę rozjemczą o objętości 1 dm³ należy przechowywać w ciągu 4 tygodni od daty wysyłki, w pojemniku z tworzywa sztucznego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy wykonać wzrokowo.

5.4.2. Oznaczanie zawartości kwasu fluorokrzemowego metodą miareczkową

5.4.2.1. Zasada metody. Metoda polega na odmiareczkowaniu kwasu solnego, wydzielonego po dodaniu chlorku wapniowego do roztworu kwasu fluorokrzemowego, roztworem wodorotlenku sodowego.

5.4.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek wapniowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.

b) Oranż metylowy, roztwór wodny 0,1-procentowy.

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,5 N.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. W naczyniu wagowym z tworzywa sztucznego lub w naczynku szklanym wewnątrz wyparafinowanym, odważyć około 10 g badanego kwasu (dokładnie wymieszanego) z dokładnością do 0,002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć 50 cm³ badanego roztworu, dodać 25 cm³ roztworu chlorku wapniowego, 2÷3 kropel roztworu oranżu metylowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany zabarwienia z różowego, do żółtego, utrzymującego się w ciągu 1 min.

Zawartość kwasu fluorokrzemowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,024 \cdot N \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50} - (X_4 \cdot 0,49 + X_5 \cdot 0,338)$$

w którym:

V — objętość 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego użytego do miareczkowania, cm³,

N — normalność użytego do miareczkowania roztworu wodorotlenku sodowego, g, 0,024 — ilość kwasu fluorokrzemowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

X₄ — zawartość H₂SO₄ w badanej próbce, %, 0,49 — współczynnik przeliczeniowy z kwasu siarkowego na kwas fluorokrzemowy,

X₅ — zawartość P₂O₅ w badanej próbce, %, 0,338 — współczynnik przeliczeniowy z pięciotlenku fosforu na kwas fluorokrzemowy,

m — odważka kwasu fluorokrzemowego, g.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą ± 3%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości kwasu fluorokrzemowego metodą potencjometryczną

5.4.3.1. Zasada metody. Metoda polega na potencjometrycznym oznaczaniu fluoru, przy użyciu elektrody jonoselektywnej na fluor.

5.4.3.2. Przyrządy

a) Jonometr „Orion” model 407 lub pehametr z rozszerzoną skalą miliwoltową (mV).

b) Elektroda jonoselektywna na fluor.

c) Elektroda odniesienia.

d) Mieszadło magnetyczne.

5.4.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Fluorek sodowy cz.d.a. (roztwór wzorcowy fluoru): 2,210 g NaF rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie pomiarowej z polietylenu, pojemności 1 dm³. Po wymieszaniu dopełnić roztwór wodą destylowaną do kreski.

1 cm³ tego roztworu zawiera 1 mg F.

c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 0,4 M (roztwór buforowy): 102 g kwasu sulfosalicylowego (HO₃S·C₆H₃(OH)COOH·2 H₂O) rozpuścić w 800 cm³ wody destylowanej, doprowadzić roztworem amoniaku do pH 9,4÷9,6 i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³.

5.4.3.4. Wykonanie kalibrowania jonometru (pH-metru). Odmierzyć do dwóch kolbek pomiarowych pojemności po 100 cm³ 10 i 20 cm³ roztworu wzorcowego fluoru, dodać 50 cm³ roztworu buforowego i dopełnić zawartość kolbek wodą destylowaną do kreski. Oznaczać, stale mieszając, potencjał za pomocą elektrody jonoselektywnej na fluor. W przypadku użycia do pomiaru pehametru odczytać potencjał roztworów wzorcowych i z otrzymanych wartości miliwoltowych wykre-

ślić na papierze półlogarytmicznym krzywą wzorcową zależności mV od stężenia fluoru w mg.

5.4.3.5. Wykonanie oznaczania. Z roztworu badanego przygotowanego wg 5.4.2.3 odmierzyć 5 cm³ do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 50 cm³ roztworu buforowego i uzupełnić zawartość kolby wodą destylowaną do kreski. Oznaczać, stale mieszając, potencjał za pomocą elektrody jonoselektywnej na fluor.

Zawartość kwasu fluorokrzemowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 1000} \cdot 1,264 = \frac{12,64 \cdot a}{m}$$

w którym:

1,264 — mnożnik przeliczeniowy fluoru na kwas fluorokrzemowy,

a — zawartość fluoru odczytana na jonometrze,

m — odważka badanego kwasu fluorokrzemowego, g.

5.4.3.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą $\pm 0,2\%$.

5.4.4. Oznaczanie zawartości krzemionki

5.4.4.1. Zasada metody. Metoda polega na odsączeniu krzemionki zawartej w kwasie fluorokrzemowym i jej wagowym oznaczeniu.

5.4.4.2. Przyrządy

- Lejek Büchnera o średnicy 9 cm.
- Pompa próżniowa.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 100 g kwasu fluorokrzemowego z dokładnością do 0,1 g, przesączyć przez gęsty sączek na lejku Büchnera pod próżnią — około 20 mm słupa wody. Wilgotną krzemionkę zważyć z dokładnością do 0,1 g. Zawartość krzemionki (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{100}$$

w którym m — masa wilgotnej krzemionki, g.

5.4.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą $\pm 1\%$.

5.4.5. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.5.1. Zasada metody. Metoda polega na wytworzeniu barwnego kompleksu żelaza z 1,10-fenantroliną przy pH 3,5÷4,2 i zmierzeniu absorbancji za pomocą spektrofotometru.

5.4.5.2. Aparatura

- Kuweta o grubości śłaja 1 cm.
- Pehametr.
- Spektrofotometr.

5.4.5.3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek hydroksylaminy ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) cz.d.a., roztwór 1-procentowy świeżo przygotowany.

b) 1,10-fenantrolina ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., roztwór 0,25-procentowy: 2,5 g 1,10-fenantroliny rozpuścić w 100 cm³ około 0,1 N roztworu kwasu solnego i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³.

c) Kwas fluorowodorowy (HF) cz.d.a., roztwór 40-procentowy.

d) Kwas octowy lodowaty (CH_3COOH) cz.d.a.

e) Kwas siarkowy (1,84) cz.d.a.

f) Kwas solny (1,19) cz.d.a.

g) Octan sodowy ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) cz.d.a., roztwór 50-procentowy.

h) Octan sodowy (CH_3COONa) cz.d.a., roztwór buforowy: 272 g octanu sodowego rozpuścić w wodzie destylowanej, dodać 240 cm³ kwasu octowego lodowatego i uzupełnić wodą do objętości 1 dm³.

i) Roztwór korygujący: 0,5 g węgla sodowego (Na_2CO_3) odważyć do parownicy platynowej, odparować z 10 cm³ kwasu fluorowodorowego do sucha. Czynność tę wykonać trzykrotnie, po czym jeszcze 2-krotnie odparować do sucha z 1 cm³ kwasu solnego (1,19). Po ochłodzeniu dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,19) i 30 cm³ wody destylowanej. Zagotować i ilościowo przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³. Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do objętości 250 cm³ i wymieszać.

j) Roztwór wzorcowy żelaza cz.d.a.: 1,404 g świeżo przekrystalizowanego i wysuszonego do stałej masy w temperaturze pokojowej siarczanu amonowo-żelazowego ($\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w wodzie destylowanej, dodać 10 cm³ kwasu siarkowego i uzupełnić roztwór do kreski wodą destylowaną w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³. Odmierzyć 200 cm³ tak przygotowanego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,04 mg Fe. Roztwór należy sporządzić w dniu przygotowania skali wzorców.

k) Węgiel sodowy (Na_2CO_3) cz.d.a.

2.4.5.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do zlewki pojemności 150 cm³ odmierzyć: 25 cm³ roztworu korygującego, około 20 cm³ wody destylowanej, 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksylaminy, 5 cm³ roztworu fenantroliny i 25% cm³ roztworu buforowego. Sprawdzić pH otrzymanego roztworu, które powinno wynosić: 3,5÷4,2. Jeżeli wielkość pH nie mieści się w tym zakresie, należy doprowadzić roztwór do właściwego pH, dodając kwasu octowego lub roztworu octanu sodowego, zapisując przy tym zużytą ilość odczynnika.

Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć po 25 cm³ roztworu korygującego oraz ilość kwasu octowego lub octanu sodowego, którą zużyto przy doprowadzeniu roztworu do pH=3,5÷4,2, a następnie kolejno odmierzyć roztwory wzorcowe Fe wg tabl.3.

Tablica 3

Lp.	Objętość roztworu wzorcowego żelaza, cm ³	Odpowiadające masy żelaza, mg
1	0	0
2	0,5	0,02
3	1,0	0,04
4	1,5	0,06
5	2,0	0,08
6	2,5	0,10
7	3,0	0,12
8	3,5	0,14

Do kolby pomiarowej dodać po 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 5 cm³ roztworu fenantroliny i 25 cm³ roztworu buforowego. Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Po 10 min zmierzyć absorbancję przy długości fali 510 nm w kuwecie o grubości śłoja 1 cm.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, oznaczając na osi odciętych ilości żelaza zawarte w roztworach wzorcowych w mg, a na osi rzędnych odpowiadające im absorbancje.

5.4.5.5. Wykonanie oznaczenia. 5 g kwasu fluorokrzemowego odważyć z dokładnością do 0,002 g do parownicy platynowej pojemności 100 cm³, dodać 0,5 g węgla sodowego, 10 cm³ roztworu kwasu fluorowodorowego i odparować do sucha. Czynność tę wykonać trzy razy, a następnie jeszcze dwa razy odparować do sucha z 1 cm³ kwasu solnego (1,19). Po ostudzeniu dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,19), 30 cm³ wody destylowanej, zagotować, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. 25 cm³ tego roztworu odmierzyć do zlewki pojemności 150 cm³ i ustalić ilość kwasu octowego lub roztworu octanu sodowego dla skorygowania pH=3,5÷4,2.

Następnie do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 25 cm³ roztworu badanego kwasu fluorokrzemowego, dodać tę samą ilość kwasu octowego lub roztworu octanu sodowego, którą zużyto przy doprowadzeniu roztworu do pH=3,5÷4,2, a następnie dodawać odczynniki w kolejności i ilościach wg 5.4.5.4. Po 10 min

zmierzyć absorbancję otrzymanego roztworu przy długości fali 510 nm w kuwecie o grubości śłoja 1 cm.

Zawartość żelaza X_3 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 1000} = \frac{a}{m}$$

w którym:

a — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka badanego kwasu, g.

5.4.5.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 20% wyniku niższego.

5.4.6. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.6.1. Zasada metody. Metoda polega na oznaczaniu jonu siarczanowego za pomocą mianowanego roztworu chlorku barowego, wobec nitchromazo w środowisku wodnoacetonowym.

5.4.6.2. Roztwory

a) Aceton cz.d.a.

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 0,02 M (odważki analityczne).

c) Nitchromazo, roztwór wodny 0,2-procentowy.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczenia. Z roztworu badanego przygotowanego wg 5.4.5.5 do oznaczania żelaza odmierzyć 50 cm³ roztworu badanego do kolby stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 25 cm³ acetonu, 3 krople roztworu nitchromazo i miareczkować powoli, ciągle mieszając, 0,02 M roztworem chlorku barowego do trwałej w ciągu 2 min barwy błękitnej, pH roztworu powinno wynosić 1,7÷2.

Zawartość siarczanów w przeliczeniu na H₂SO₄ (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,098 \cdot M \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50}$$

w którym:

V — objętość 0,02 M roztworu chlorku barowego cm³,

0,098 — ilość kwasu siarkowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 1 M roztworu chlorku barowego, g,

M — molowość roztworu chlorku barowego 0,02 M użytego do miareczkowania,

m — odważka badanego kwasu, g.

5.4.6.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników do najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 20% wyniku niższego.

5.4.7. Oznaczanie zawartości fosforanów (P₂O₅)

5.4.7.1. Zasada oznaczania. Jony ortofosforanowe wytwarzają w obecności nadmiaru molibdenianu w kwaśnym środowisku heteropolikwas

fosforomolibdenowy o zabarwieniu jasnożółtym przechodzącym w wyniku redukcji w intensywnie zabarwiony błękit fosforomolibdenowy, którego intensywność mierzy się spektrofotometrycznie.

5.4.7.2. Aparatura

- a) Kuweta o grubości śłoja 1 cm.
- b) Spektrofotometr.

5.4.7.3. Odczynniki i roztwory

a) Fosforan jednopotasowy cz.d.a. (roztwór wzorcowy fosforanów): 0,192 g KH_2PO_4 wysuszonego rozpuścić w 1 dm³ wody destylowanej. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,1 mg P_2O_5 .

b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10 N: 279 cm³ kwasu siarkowego (1,84) uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 cm³.

c) Roztwór redukujący: 5 g kwasu cytrynowego i 1 g kwasu askorbinowego rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej. Otrzymany roztwór uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej do objętości 100 cm³.

d) Oranż metylowy, roztwór wodny 0,1-procentowy.

e) Roztwór buforowy: 60 g octanu sodowego cz.d.a. ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w 200 cm³ wody destylowanej.

f) Roztwór molibdenianu amonu: 5 g molibdenianu amonu cz.d.a. odważyć do zlewki pojemności 100 cm³, rozpuścić w 50 cm³ 10 N roztworu kwasu siarkowego. Zawartość zlewki przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

g) Wodorotlenek sodowy, roztwór 10-procentowy: 10 g wodorotlenku sodowego (NaOH) cz.d.a. rozpuścić w 90 cm³ wody destylowanej.

5.4.7.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do zlewki pojemności 150 cm³ odmierzyć 50 cm³ roztworu korygującego przygotowanego wg 5.4.5.3 c) i zobojętnić wobec oranżu metylowego 10-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego. Następnie do 7 kolb pomiarowych pojemności 200 cm³ odmierzyć po 5 cm³ roztworu korygującego, dodać tę ilość roztworu wodorotlenku sodowego, którą zużyto do zobojętnienia wstępnej próbki wobec oranżu metylowego i odmierzyć kolejno roztwór wzorcowy fosforanów wg tabl. 4.

Tablica 4

Lp.	Objętość roztworu wzorcowego P_2O_5 , cm ³	Odpowiadające masy P_2O_5 , mg
1	0	0
2	0,5	0,05
3	1,0	0,10
4	2,0	0,20
5	3,0	0,30
6	4,0	0,40
7	5,0	0,50
8	6,0	0,60

Do każdej kolby pomiarowej dodać 5 cm³ roztworu redukującego, 10 cm³ roztworu molibdenianu amonowego i umieścić w ciemni na 10 min. Następnie dodać po 20 cm³ roztworu buforowego, uzupełnić wodą destylowaną do objętości 200 cm³, wymieszać i zmierzyć absorbancję przy długości fali 780 nm, stosując destylowaną wodę jako odnośnik.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, oznaczając na osi odciętych ilości fosforanów (P_2O_5) zawarte w roztworach wzorcowych w mg, a na osi rzędnych odpowiadające im absorbancje.

5.4.7.5. Wykonanie oznaczania. Z roztworu badanego przygotowanego 5.4.5.5 odmierzyć 5 cm³ do zlewki pojemności 150 cm³ i ustalić ilość roztworu wodorotlenku sodowego do zobojętnienia wobec oranżu metylowego. Następnie do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu badanego, przygotowanego wg 5.4.5.5 dodać tę samą ilość roztworu wodorotlenku sodowego, którą zużyto przy zobojętnieniu wstępnej próbki wobec oranżu metylowego, 5 cm³ roztworu redukującego, 10 cm³ roztworu molibdenianu amonowego i dalszy ciąg wykonać jak w 5.4.7.4.

Zawartość fosforanów w przeliczeniu na P_2O_5 (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 1000} = \frac{a \cdot 5}{m}$$

w którym:

- a — zawartość fosforanów (P_2O_5) odczytana z krzywej wzorcowej, mg
 m — odważka badanego kwasu, g.

5.4.7.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 20% wyniku niższego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE**1. Instytucje opracowujące normę**

- Poznańskie Zakłady Nawozów Fosforowych,
- Instytut Chemii Nieorganicznej,
- Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-55/C-84114

- a) podwyższono zawartość kwasu fluorokrzemowego w II i I gatunku,
- b) obniżono zawartość krzemionki w II gatunku i I,
- c) znormalizowano dodatkowo zawartość żelaza, siarczanów i fosforanów w I gatunku oraz żelaza i fosforanów w II gatunku,
- d) zrezygnowano z normalizowania ciężaru właściwego,
- e) wprowadzono nową metodę oznaczania kwasu fluorokrzemowego przy użyciu elektrody jonoselektywnej na fluor.

Dotychczas obowiązująca PN-55/C-84114 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1977 r.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-67/C-64500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych. Znaki i znakowanie
- Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (Dz.TiZ.K nr 20 poz. 84 z 1968 r. obowiązujące od dnia 15 września 1968 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.PRL nr 35 poz. 310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)