

PRODUKTY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Nawozy sztuczne Mączka fosforytowa 29%	6019-07
		Zamiast BN-70.6019-07
		Grupa katalogowa X 15

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest mączka fosforytowa otrzymywana w wyniku przemiału fosforytów tunezyjskich, a znajdująca zastosowanie jako nawóz sztuczny.

2. OZNACZENIE

MĄCZKA FOSFORYTOWA 29% BN-75/6019-07

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Mączka fosforytowa powinna być produktem sypkim, drobno zmielonym, bez zanieczyszczeń obcych.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Całkowita zawartość pięciotlenku fosforu (P_2O_5), %	29 ± 1,0
b) Zawartość wody, %, najwyżej	1
c) Skład ziarnowy: odsiew na sicie o wymiarach boku oczka kwadratowego	
- 0,12 mm, %, najwyżej	6
- 0,063 mm, %, najwyżej	20

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Mączkę fosforytową należy pakować w worki papierowe, czterowarstwowe, wentylowe, klejone wg PN-70/P-79005 o wymiarach zgodnych z PN-68/O-79027 i o pojemności 40 kg netto.

Na opakowaniu zgodnie z PN-67/O-79251 powinien być umieszczony napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- masę netto,
- ceny sezonowe i ogólne wskazówki stosowania mączki fosforytowej.

4.2. Przechowywanie. Mączkę fosforytową należy przechowywać w suchych i czystych pomieszczeniach. Worki należy układać poziomo warstwami, najwyżej do wysokości 10 warstw.

4.3. Transport. Mączkę fosforytową należy przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z obowiązującymi przepisami. Produkt w czasie transportu powinien być zabezpieczony przed zawilgoceniem i zniszczeniem. Worki z mączką należy układać ściśle obok siebie na całej powierzchni środka transportu, a ewentualne luki wypełnić materiałem wyciółkowym lub w inny sposób, tak aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i wzajemnym uszkodzeniem.

Wystające od wewnątrz środka przewozowego części konstrukcyjne, jak: śruby, haki, gwoździe itp. powinny być usunięte lub zabezpieczone, aby nie spowodowały uszkodzenia worków.

Otwory okienne i drzwiowe należy zabezpieczyć przed przenikaniem wpływów atmosferycznych do wnętrza środka transportowego.

Przy przewozie kolejowym worki powinny być układane w obu szczytowych częściach wagonu prostopadle do ścian czołowych, a trzecia część ładunku w tzw. przestrzeni międzydrzwiowej - w poprzek wagonu. Worki w przestrzeni międzydrzwiowej powinny być ułożone co najmniej 10 cm od drzwi oraz zabezpieczone latami drewnianymi przed obsunięciem podczas normalnych wstrząsów wagonu. Mączkę fosforytową należy ładować do granic ładowności środka transportu.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań. Badania obejmują:

- ogłędziny zewnętrzne (3.1),
- oznaczanie całkowitej zawartości pięciotlenku fosforu (3.2a),
- oznaczanie zawartości wody (3.2b),
- oznaczanie składu ziarnowego (3.2c).

5.2. Pobieranie próbek - wg PN-67/C-87000. Średnia próbka laboratoryjna powinna wynosić co najmniej 3 kg.

5.3. Opis badań

5.3.1. Ogłędziny zewnętrzne polegają na wzrokowym sprawdzeniu postaci i czystości produktu.

Zgłoszona przez Krakowskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego BONARKA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 15 marca 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1975 poz. 42 i 43)

5.3.2. Oznaczanie całkowitej zawartości pięciotlenku fosforu P_2O_5

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Aceton obojętny o temperaturze wrzenia $56 \pm 60^\circ C$.

b) Azotan amonowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy: 20 g azotanu amonowego wsypać do kolby pomiarowej pojemności $1 dm^3$ i dodać około $500 cm^3$ wody. Po rozpuszczeniu dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór powinien mieć odczyn kwaśny, w przeciwnym wypadku należy go zakwaszyć kilkoma kroplami kwasu azotowego.

c) Molibdenian amonowy cz.d.a. Roztwór A: 50 g siarczanu amonowego cz.d.a. wsypać do kolby pomiarowej pojemności $1 dm^3$, wlać $450 cm^3$ kwasu azotowego (1,4) i zawartość kolby silnie wymieszać aż do całkowitego rozpuszczenia.

Roztwór B: 150 g sproszkowanego molibdenianu amonowego zalać w zlewce $400 cm^3$ wrzącej wody i mieszać aż do rozpuszczenia. Roztwór mętny przesączyć. W przypadku dużej ilości powstałego osadu dodać trochę stężonego amoniaku, który przyspiesza rozpuszczenie.

Roztwór B wlewa się cienkim strumieniem do roztworu A, stale mieszając. Po ochłodzeniu roztwór dopełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać. Gotowy odczynnik przechowywać w ciemnej butli w chłodnym miejscu i po 1 ± 2 dniach przesączyć.

W przypadku zmętnienia należy przed użyciem odczynnik ponownie przesączyć.

d) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

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

f) Mieszanka kwasów azotowego i siarkowego:

$30 cm^3$ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) wlać do $1 dm^3$ kwasu azotowego cz. (1,2) i dokładnie wymieszać.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczenia. 5 g badanej mączki fosforytowej, wysuszonej w $105^\circ C$ przez pół godziny, odważonej z dokładnością do $0,0002 g$ wsypać do kolby pomiarowej pojemności $500 cm^3$, wlać $50 cm^3$ kwasu siarkowego, $20 cm^3$ kwasu azotowego i gotować do całkowitego rozłożenia próbki (około 1 godz.). Po ostudzeniu roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności $500 cm^3$ i uzupełnić wodą do kreski. Po wymieszaniu roztwór przesączyć przez suchy sążek o średniej gęstości do suchej kolby odrzucając pierwsze $30 cm^3$ przesączu. $5 cm^3$ przesączu odmierzyć pipetą i przenieść do zlewki pojemności $250 cm^3$, dodać $20 cm^3$ mieszaniny kwasów azotowego i siarkowego.

Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać bez przeciąka szklanego na siatce azbestowej do początków wrzenia. Następnie zlewkę zdjąć z siatki azbestowej i obracać ją ruchem kołowym przez kilka sekund (aby uniknąć przegrzewania cieczy), a następnie wlać pipetą w środek cieczy $25 cm^3$ molibdenianu amonowego i przykryć szkiełkiem zegarkowym. Gdy większa część osadu opadnie, ale nie różniej niż po 5 min, mieszać silnie przecikiem

szklanym bez gumki przez pół minuty, nie dotykając nim ścianek zlewki. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na okres 2 ± 12 godz, po czym osad przesączyć przez ważony z dokładnością do $0,0002 g$ tygiel G4 z warstwą azbestu lub potrójnym krążkiem do sączenia o średniej gęstości.

Osad odsączyć za pomocą słabej pompy próżniowej, przemyć czterokrotnie roztworem azotanu, a następnie w celu osuszenia napełnić tygiel dwukrotnie acetonem, raz do pełna, drugi raz do połowy.

Za każdym razem roztwór należy odessać używając słabej pompy próżniowej. Tygiel osuszyć z zewnątrz, umieścić w eksykatorze i wypompować powietrze do ciśnienia $150 mm Hg$. Po półgodzinnym suszeniu tygiel wraz z osadem zważyć z dokładnością do $0,0002g$.

Zawartość pięciotlenku fosforu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,03295 \cdot m \cdot 500 \cdot 100}{m_1 \cdot 5} = \frac{329,5 \cdot m}{m_1}$$

w którym:

m - masa wysuszonego osadu, g,

m_1 - odważka badanej mączki fosforytowej,

$0,03295$ - ilość P_2O_5 odpowiadająca 1 g osadu, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości wody. Odważyć 10 g badanej mączki fosforytowej z dokładnością do $0,001 g$ w płaskiej parownicy porcelanowej uprzednio wysuszonej do stałej masy w temperaturze $100 \pm 105^\circ C$ w ciągu 1 godz.

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m}$$

w którym:

m - odważka badanej mączki fosforytowej przed suszeniem, g,

m_1 - masa badanej mączki fosforytowej po wysuszeniu, g.

5.3.4. Oznaczanie składu ziarnowego

5.3.4.1. Przyrządy

a) Sito o wymiarach boku oczka kwadratowego $0,12 mm$.

b) Sito o wymiarach boku oczka kwadratowego $0,063 mm$.

c) Suszarka laboratoryjna.

d) Waga techniczna o dokładności ważenia do $0,01 g$.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczenia. W zlewce pojemności $400 cm^3$ odważyć $50 g$ mączki fosforytowej z dokładnością do $0,01 g$.

Do zlewki wlać tyle wody, aby jej ilość pozwoliła na dokładne wymieszanie badanego materiału. Zawartość zlewki po wymieszaniu przenieść bez strat na czyste sito, uprzednio obustronnie zwilżone wodą destylowaną. Uregulowanym strumieniem cieczy wypłukiwać ziarna mniejsze od oczek sita tak długo, aż przesącz będzie klarowny. Podczas przemywania, materiał na sicie należy mieszać pę-

działkiem nr 3 z miękkiego włosia (np. z włosia wiewiórczego, z uszu bydłych).

Następnie sito wraz z pozostałością wstawić do szklanej parownicy z wodą umieszczoną na czarnym papierze. Zanurzony w wodzie materiał rozprowadzić pędzelkiem w ciągu pół minuty, po czym przez podniesienie sita odcedzić go.

Przeciek nie powinien zawierać cząstek materiału przesiewanego, w przeciwnym przypadku przemywanie należy powtórzyć.

Uzyskany odsiew wysuszyć w suszarce laboratoryjnej. Po ostygnięciu przenieść ilościowo pozostałość z sita za pomocą pędzelka na szkiełko zegarkowe, uprzednio zważone z dokładnością do 0,01 g, po czym szkiełko ponownie zważyć wraz z zawartością.

Oznaczanie przeprowadzić na sitach o wymiarach boku oczka kwadratowego 0,12 i 0,063 - zgodnie z PN-71/C-04501.

5.3.4.3. Obliczanie wyników. Odsiew ziarna (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

m_1 - masa odsiewu, g,

m - masa próbki, g.

5.3.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Krakowskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego BONARKA.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6019-07. Obniżono zawartość P_2O_5 w mączce fosforytowej z $30 \pm 1\%$ na $29 \pm 1,0\%$, tj. do wielkości wynikającej z jakości surowca importowanego.

3. Normy związane

PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonywania

PN-67/C-87000 Nawozy sztuczne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Nawozy sypkie

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-67/O-79251 Produkty w opakowaniach jednostkowych.

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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