

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-79
	Odczynniki Fluorek amonowy	6191-165
		Grupa katalogowa X 51

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest fluorek amonowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Fluorek amonowy ma:

- wzór chemiczny  $\text{NH}_4\text{F}$ ,
- masę cząsteczkową 37,04.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń, w normie ustala się dwa gatunki fluorku amonowego, oznaczone:

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

**2.2. Przykład oznaczenia fluorku amonowego czystego do analizy:**

FLUOREK AMONOWY cz.d.a. BN-79/6191-165

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Fluorek amonowy powinien mieć postać białego krystalicznego proszku, bardzo łatwo rozpuszczalnego w wodzie.

**3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Fluorku amonowego ( $\text{NH}_4\text{F}$ ), %, nie mniej niż	98	96
b) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,01*
c) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
e) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,005
f) Wodorofluorku amonowego ( $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ ), %, nie więcej niż	1,0	3,0
g) Krzemu (Si), %, nie więcej niż	0,02	0,03
h) Wody, %, nie więcej niż	2,0	3,0

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Fluorek amonowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki z tworzywa sztucznego lub ze szkła oranżowego, wewnątrz parafinowane, zamknięte nakrętkami z tworzywa sztucznego, uszczelnionymi od wewnątrz parafiną.

Masa opakowań netto: 25, 100, 250 g.

Klasa niebezpieczeństwa — wg RID V.

Na życzenie odbiorców, dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od podanych opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości fluorku amonowego ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) (3.2a),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2b),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2c),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie zawartości wodorofluorku amonowego (3.2f),
- oznaczanie zawartości krzemu (3.2g),
- oznaczanie zawartości wody (3.2h).

**5.2. Pobieranie próbek.** Średnią próbkę laboratoryjną odczynnika cz.d.a. pobrać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz., należy stosować wytyczne PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii — nie większą niż 500 kg;
- wielkość próbki pierwotnej — 200 g;
- liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2;

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 30 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 26/1979 poz.119)

d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 300 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości fluorku amonowego (NH<sub>4</sub>F)

##### 5.3.1.1. Aparatura i przyrządy

Kolumna z tworzywa sztucznego o wysokości 200 mm i średnicy 10 mm, zakończona doszlifowanym kranem, wypełniona kationitem KU-1 lub KU-2.

##### 5.3.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Woda destylowana nie zawierająca dwutlenku węgla, przygotowana wg PN-68/C-06500.

b) Amonowy rodanek cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

c) Kationit KU-1 lub KU-2.

d) Kwas solny cz.d.a. rozcieńczony w stosunku 1:2.

e) Oranż metylowy wsk., 0,1-procentowy roztwór.

f) Fenoloftaleina wsk., 1-procentowy alkoholowy roztwór.

g) Azotan srebra cz.d.a., 0,1N roztwór.

h) Kwas azotowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

i) Alkohol etylowy rektyfikowany.

j) Wodorotlenek potasowy lub sodowy cz.d.a., 0,1N roztwór.

**5.3.1.3. Przygotowanie kationitu.** Kationit odsiać od pyłu i grubych części i stosować frakcje od 0,3 do 1,5 mm. W celu oddzielenia od substancji mineralnych i przeprowadzenia kationitu w formę wodorową, należy kationit umieścić w zlewce, dodać roztworu kwasu solnego i zostawić na 12 h. Następnie zlać roztwór z nadwarstwy kationitu, a kationit przemywać kilkakrotnie ogrzanym do temperatury 50 ÷ 60°C roztworem kwasu solnego do ujemnej reakcji na jon żelaza (próba z rodankiem amonowym).

Następnie kationit odmyć całkowicie wodą destylowaną od jonów chlorkowych (próba z azotanem srebra), odmyty kationit odsączyć przez lejek Büchnera.

Przechowywać w słoiku z doszlifowanym korkiem.

**5.3.1.4. Przygotowanie kolumny.** Kolumnę napełnić wodą, w tym celu dolny koniec kolumny zanurzyć w wodzie, górny koniec zamknąć korkiem z rurką szklaną, przez którą zassać wodę. Należy całkowicie pozbyć się banieczek powietrza.

Następnie do kolumny wsypać małymi porcjami kationit, do wysokości 100 mm.

Bezpośrednio przed przepuszczeniem badanego roztworu, kolumnę przemyć wodą do obojętnej reakcji wobec oranżu metylowego.

W tym celu do kolby pojemności 50 cm<sup>3</sup> zebrać 25 cm<sup>3</sup> wody z przemywania. Do drugiej takiej kolby wlać 25 cm<sup>3</sup> wody destylowanej.

Do obu roztworów dodać po jednej kropli oranżu metylowego. Zabarczenie roztworów powinno być jednakowe.

Nadmiar wody z nadwarstwy kationitu zlać, pozostawiając nad kationitem 7 ÷ 10 mm warstwę wody. Należy uważać, żeby przy analizie w warstwie kationitu nie było banieczek powietrza.

**5.3.1.5. Wykonanie oznaczania.** Około 0,1000 g badanego fluorku amonowego umieścić w zlewce polietylenowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody i wymieszać. Otrzymany roztwór przepuścić z prędkością 4 ÷ 6 cm<sup>3</sup>/min przez kolumnę wypełnioną kationitem w formie wodorowej. Następnie kolumnę, z taką samą prędkością, przemyć 100 cm<sup>3</sup> wody, przemywając uprzednio zlewkę, w której był rozpuszczony preparat.

Wodę należy dodawać w niewielkich ilościach, przemywając każdą następną porcję tylko wtedy, gdy poprzednia przejdzie przez kolumnę. Nad kationitem należy zostawić warstwę wody 7 ÷ 10 mm.

Roztwór i wody z przemywania zebrać do zlewki polietylenowej pojemności 300 ÷ 350 cm<sup>3</sup>, dodać 5 kropli fenoloftaleiny. Wymienioną w procesie wymiany równoważną ilość kwasu fluorowodorowego miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego do pojawienia się trwałego różowego zabarwienia.

Zawartość fluorku amonowego (X<sub>1</sub>), w procentach, obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,003704 \cdot 100}{m} - X_2 \cdot 0,6493 \quad (1)$$

w którym:

V — ilość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego, zużyta do miareczkowania badanego fluorku amonowego, cm<sup>3</sup>,

0,003704 — ilość fluorku amonowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego lub potasowego, g,

m — odczytka badanego fluorku amonowego, g,

X<sub>2</sub> — zawartość procentowa wodorofluorku amonowego oznaczonego wg 5.3.6,

0,6493 — mnożnik przeliczeniowy NH<sub>4</sub>F · HF na NH<sub>4</sub>F, g.

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

##### 5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Kwas borowy cz.d.a., 3-procentowy roztwór.

c) Azotan srebra cz.d.a., 0,1N roztwór.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl<sup>-</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl<sup>-</sup>.

**5.3.2.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego fluorku amonowego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu borowego i 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra i wymieszać.

Badany fluorek amonowy odpowiada wymaganiam normy, jeżeli opalizacja roztworu badanego powstała po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl<sup>-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl<sup>-</sup>.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )****5.3.3.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519

oraz

a) Węglan sodowy bezwodny, cz.d.a., 1-procentowy roztwór.

b) Kwas borowy cz.d.a., 3-procentowy roztwór.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego fluorku amonowego umieścić w parownicy platynowej, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu węglanu sodowego i odparować do sucha na elektrycznej łaźni wodnej. Następnie odpędzić sole amonowe w piecu elektrycznym, w temperaturze około 500°C. Pozostałość po oziębieniu rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu borowego, w razie potrzeby przesączyć i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3, sposób A.

Badany fluorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie roztworu badanego, powstałe po upływie 15 min, nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ ,dla odczynnika cz. — 0,1 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ .**5.3.4. Oznaczanie zawartości metali ciężkich ( $\text{Pb}^{2+}$ )****5.3.4.1. Odczynniki i roztwory**

a) Tioacetamid cz.d.a., 2-procentowy roztwór (trwały przez 3 dni).

b) Winian sodowo-potasowy cz.d.a., 20-procentowy roztwór.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $\text{Pb}^{2+}$ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg  $\text{Pb}^{2+}$ .

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego fluorku amonowego rozpuścić w kolbie stożkowej pojemności 50 cm<sup>3</sup> w 10 cm<sup>3</sup> wody, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu winianu sodowo-potasowego, 2 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego, w razie potrzeby przesączyć i dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu tioacetamidu.

Badany fluorek amonowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli ściemnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie powstałe w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $\text{Pb}^{2+}$ ,dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $\text{Pb}^{2+}$ .**5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )**

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521.02 p. 4 oraz kwas solny cz.d.a. (1,12).

**5.3.5.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej** — wg PN-75/C-04521.02 p. 6.

**5.3.5.3. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego fluorku amonowego umieścić w parownicy platynowej i ogrzewać na łaźni elektrycznej do sucha, a następnie w piecu elektrycznym, w temperaturze ciemnoczerwono-

nego żaru do całkowitego odpędzenia dymów soli amonowych.

Następnie, po oziębieniu, pozostałość rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i dalej wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

Zawartość żelaza ( $X_2$ ), w procentach, w badanej próbce obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a}{m_2 \cdot 10} \quad (2)$$

w którym:

$a$  — zawartość żelaza w próbce badanej, odczytana z krzywej wzorcowej, otrzymana po odjęciu zawartości żelaza w próbce kontrolnej, mg,

$m_2$  — odważka badanego fluorku amonowego, g.

W przypadku oznaczania dopuszczalnej zawartości żelaza oznaczenie wykonać wg PN-75/C-04521.02 p. 8, przygotowując próbkę wzorcową zawierającą:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg  $\text{Fe}^{3+}$ ,dla odczynnika cz. — 0,25 mg  $\text{Fe}^{3+}$ .**5.3.6. Oznaczanie zawartości wodorofluorku amonowego ( $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ )****5.3.6.1. Odczynniki i roztwory**

a) Purpura bromokrezolowa — wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór.

b) Błękit bromotymolowy — wskaźnik, 0,1-procentowy roztwór.

c) Mieszanina wskaźników otrzymana przez zmieszanie 0,1-procentowego roztworu błękitu bromotymolowego oraz purpury bromokrezolowej w stosunku 1:1.

d) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1N roztwór.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego fluorku amonowego umieścić w zlewce polietylenowej i rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody niezawierającej dwutlenku węgla, przygotowanej wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37. Do roztworu dodać 2 krople roztworu mieszaniny wskaźników i wymieszać. Jeżeli roztwór zabarwi się na kolor żółty, dodawać kroplami roztworu wodorotlenku potasowego do przejścia zabarwienia z żółtego w odcień fioletowy.

Zawartość wodorotlenku amonowego ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_2 \cdot 0,005704 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

$V_2$  — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku potasowego użytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m_3$  — odważka badanego fluorku amonowego, g,

0,005704 — ilość wodorofluorku amonowego ( $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ ) odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku potasowego, g.

**5.3.7. Oznaczanie zawartości krzemu (Si)****5.3.7.1. Aparatura**

a) Fotokolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 795 nm.

- b) Kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.  
c) Pehametr.

### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

- a) Woda redetylowana.  
b) Kwas solny cz.d.a. (1,18) i 4N roztwór (przygotować przez rozcieńczenie 330 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18) wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski).  
c) Kwas siarkowy cz.d.a., 9N roztwór (przygotować przez rozcieńczenie 250 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego (1,83) wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą do kreski).  
d) Kwas borowy cz.d.a., roztwór nasycony w temperaturze pokojowej (48 g w 1 dm<sup>3</sup>).  
e) Kwas szczawiowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.  
f) Kwas fluorowodorowy cz.d.a., 14-procentowy roztwór.  
g) Molibdenian sodowy lub amonowy cz.d.a., 14-procentowy roztwór (przygotować w zlewce polietylenowej w temperaturze 50°C). Po ochłodzeniu przesączyć i uzupełnić wodą.  
h) Dwutlenek krzemu cz.d.a., wyprażony uprzednio w ciągu 1 h, w temperaturze 1000°C i ostudzony w eksykatorze nad pięciotlenkiem fosforu.  
i) Roztwór wzorcowy zawierający dwutlenek krzemu, przygotowany w następujący sposób: 1,0000 g wyprażonego dwutlenku krzemu rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego 27-procentowego w zlewce polietylenowej na łaźni wodnej, całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu podstawowego zawiera 1 mg SiO<sub>2</sub>.

Roztwór roboczy przygotować przez rozcieńczenie roztworu podstawowego w stosunku 10:990. 1 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu zawiera 0,01 mg SiO<sub>2</sub>.

j) Fenoloftaleina wsk., 1-procentowy roztwór alkoholowy.

k) Roztwory redukujące przygotować w następujący sposób: rozpuścić 7,0 g bezwodnego siarczynu sodowego cz.d.a. w 50 cm<sup>3</sup> wody. Następnie dodać 1,5 g kwasu 1-amino-2-naftolo-4-sulfonowego i rozpuścić mieszając (roztwór I). Rozpuścić 9,0 g pirosiarczynu sodowego bezwodnego w 90,0 cm<sup>3</sup> wody (roztwór II). Zmieszać roztwór I i II i przesączyć do oziębionej butelki. Roztwór ten można przechowywać przez 2 ÷ 3 tygodni.

l) Chlorek potasowy cz.d.a., 1-procentowy roztwór.

**5.3.7.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** W zlewkach z polietylenu przygotować roztwory robocze, zawierające: 0,01; 0,02; 0,05; 0,075 i 0,1 mg SiO<sub>2</sub>. Do każdego roztworu dodać 0,5 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego, wymieszać i ogrzać w ciągu 5 min na łaźni wodnej. Zawartość zlewki rozcieńczyć wodą do 25 cm<sup>3</sup>, dodać 4 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego 4N, 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu borowego i 10 cm<sup>3</sup> roztworu molibdenianu sodowego, wymieszać i pozostawić na 10 min.

Następnie sprawdzić pH roztworu, które powinno wynosić 1,1 ± 0,1.

Dodać mieszając 5 cm<sup>3</sup> kwasu szczawiowego, pozostawić na 5 min i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Zawartość zlewki przemyć 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego 9N i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Następnie dodać 2 cm<sup>3</sup> mieszaniny redukującej wg 5.3.7.2k), uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Po 10 min przelać roztwór do kuwety i zmierzyć absorbancję przy długości fali 765 ÷ 795, nm stosując jako odnośnik roztwór kontrolny. Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości SiO<sub>2</sub> w miligramach.

**5.3.7.4. Wykonanie oznaczania.** 0,50 g badanego fluorku amonowego rozpuścić w zlewce z polietylenu w 50 cm<sup>3</sup> wody.

5 cm<sup>3</sup> przygotowanego roztworu (= 0,05 g) umieścić w parownicy platynowej, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku potasowego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Następnie wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze około 500°C do całkowitego odpędzenia dymów soli amonowych, pozostałość rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> kwasu borowego i dalej postępować tak jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu po upływie 10 min, stosując kuwety o grubości warstwy pochłaniającej — 1 cm, przy długości fali 765 ÷ 795 nm, nastawiając zero fotokolorymetru na równocześnie przygotowany roztwór kontrolny.

Stężenie SiO<sub>2</sub>, w miligramach, w badanej próbce odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość krzemu (Si) w badanej próbce (X<sub>4</sub>) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{0,46744 \cdot 50 \cdot 100 \cdot a_1}{m_4 \cdot 5 \cdot 1000} = \frac{0,46744 \cdot a_1}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

0,46744 — mnożnik przeliczeniowy zawartości SiO<sub>2</sub> na Si,

a<sub>1</sub> — stężenie SiO<sub>2</sub> odczytane z krzywej wzorcowej, mg,

m<sub>4</sub> — odważka badanego fluorku amonowego, g.

W przypadku wizualnego oznaczania, do roztworu porównawczego dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,021 mg SiO<sub>2</sub> (= 0,01 mg Si),

dla odczynnika cz. — 0,032 mg SiO<sub>2</sub> (= 0,015 mg Si).

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości wody

**5.3.8.1. Aparatura i przyrządy** — wg PN-76/C-04959 p. 2.2.

**5.3.8.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-76/C-04959 p. 2.3 i 2.5.

**5.3.8.3. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie wykonać wg PN-78/C-04959 p. 2.6.2, w temperaturze 20 ± 2°C,

pobierając do oznaczania 2,00 g badanego fluorku amonowego.

Zawartość wody ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{V_3 \cdot T \cdot 100}{m_5 \cdot 1000} = \frac{V_3 \cdot T}{m_5 \cdot 10} \quad (5)$$

w którym:

$V_3$  — objętość roztworu odczynnika Fischera zużytego do miareczkowania badanego fluorku amonowego,  $\text{cm}^3$ ,

$T$  — miano odczynnika Fischera,  $\text{mg}/\text{cm}^3$ ,

$m_5$  — odważka badanego fluorku amonowego, g.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

**2. Dotychczas obowiązujące normy.** Niemiejsza norma zastępuje ZN-57/MPCh/F-678.

#### 3. Normy związane

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

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521.02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyli

PN-76/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

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 przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

#### 4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 5017-75 Реактивы. Аммоний фтористый

#### 5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.