UKD 546.33.185-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki Sześciometafosforan sodowy	BN-80 6191-169 Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sześciometafosforan sodowy stosowany jako odczynnik chemiczny, jako środek oczyszczający i zmiękczający wodę w układach chłodzących oraz w przemyśle włókienniczym, spożywczym, papierniczym i farbiarskim.

Sześciometafosforan sodowy ma:

a) wzór chemiczny — $(NaPO_3)_6$,

b) masę cząsteczkową — 611,8.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w produkcji i obrocie.

2. OZNACZENIE

SZEŚCIOMETAFOSFORAN SODOWY cz. BN-80/6191-169

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Sześciometafosforan sodowy cz. powinien mieć postać białego proszku z dopuszczalnym zielonkawym zabarwieniem.

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

Tablica 1

Wymagania	cz.
a) Zawartość polifosforanów aktywnych w przeliczeniu na $NaPO_3$, %, nie mniej niż	55
b) całkowita zawartość fosforanów w przeliczeniu na P_2O_5, %, nie mniej niż	69
c) zawartość wody higroskopijnej, %, nie więcej niż	0,5
d) pH 1-procentowego roztworu	6,1 ÷ 7,5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Sześciometafosforan sodowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: worki polietylenowe wg BN-77/6414-06 o zawartości masy 40 kg netto, umieszczone w workach papierowych pięciowarstwowych wg PN-76/P-79005 o wymiarach i sposobie zamknięcia wg PN-68/O-79027.

Sześciometafosforan sodowy przeznaczony na eksport pakuje się dodatkowo po 1 kg w woreczki ASTROFOL i umieszcza w workach polietylenowych i papierowych.

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 opakowań wg PN-78/O-79021.

W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm.

Sześciometafosforan sodowy należy transportować zgodnie z przepisami przewozowymi.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie zawartości polifosforanów aktywnych (3.2a),

b) oznaczanie całkowitej zawartości fosforanów (3.2b),

c) oznaczanie wody higroskopijnej (3.2c),

d) oznaczanie pH (3.2d).

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 12 kwietnia 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1980 poz. 50)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1980. Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 0,45 Nakł. 2300+55 Zam. 1548/80 Cena zł 3,60

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii 1000 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej 200 g,

c) liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,

d) wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej 100 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać przez 3 miesiące.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oględziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu postaci, barwy oraz zanieczyszczeń. Badanie przeprowadza się przez oględziny nieuzbrojonym okiem.

5.3.2. Oznaczanie zawartości polifosforanów aktywnych

5.3.2.1. Zasada metody — wytrącanie polifosforanów w postaci metafosforanu barowego w środowisku kwasu solnego (pH-3), rozpuszczenie odsączonego osadu, zhydrolizowanie polifosforanów do ortofosforanów w środowisku kwasu azotowego w temperaturze wrzenia oraz wytrącenie fosforanów w postaci fosforomolibdenianu chinoliny w roztworze wodno-acetonowym, zważenie odsączonego osadu wysuszonego w temperaturze 250°C.

5.3.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Chinolina cz.d.a.

b) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 2,5- i 0,1-procentowy.

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

d) Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwór 0,5N.

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

f) Odczynnik molibdenowy.

Roztwór A: 70 g molibdenianu sodowego dwuwodnego rozpuścić w 150 cm^3 wody w zlewce pojemności 400 cm^3.

Roztwór B: 60 g kwasu cytrynowego jednowodnego rozpuścić w 150 cm^3 wody w zlewce pojemności 1 dm^3 i studząc dodać ostrożnie 85 cm^3 kwasu azotowego.

Roztwór C: Mieszając stopniowo dodawać roztwór A do roztworu B.

Roztwór D: Do zlewki pojemności 400 cm^3 zawierającej 100 cm^3 wody dodać 35 cm^3 kwasu azotowego, 5 cm^3 chinoliny, wymieszać. Następnie dodawać stopniowo do roztworu C, wymieszać i pozostawić na okres 24 h. Roztwór przesączyć przez lejek z wkładką ze szkła spiekanego G4 (bez przemywania wodą), dodać 280 cm^3 acetonu, rozcieńczyć wodą do objętości 1 dm^3 i dokładnie wymieszać. W przypadku zmętnienia roztworu przesączyć ponownie przez ten sam lejek.

Roztwór należy przechowywać w butelce polietylenowej w chłodnym miejscu.

Roztwór jest trwały przez 1 miesiąc.

5.3.2.3. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 250 cm^3 odważyć 5,0000 g badanej próbki, dodać 100 cm^3 wody, wymieszać i rozgniatać pręcikiem aż do całkowitego rozpuszczenia.

Roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić do kreski i dobrze wymieszać (roztwór 1). Odmierzyć pipetą 50 cm^3 roztworu do zlewki pojemności 400 cm^3, dodać kilka kropli roztworu oranżu metylowego, zobojętnić roztworem 0,5N kwasu solnego, a następnie dodać 2 cm^3 (do uzyskania pH-3 wobec papierka uniwersalnego).

Z biurety dodawać kroplami, przy ciągłym mieszaniu, 45 cm^3 2,5-procentowego roztworu chlorku barowego i pozostawić wytrącony osad do opadnięcia.

Roztwór zdekantować znad osadu przez twardy sączek, osad przemyć dwukrotnie przez dekantację 0,1-procentowym roztworem chlorku barowego, a następnie przenieść na sączek i jeszcze czterokrotnie przemyć. Przemyty osad przenieść niewielką ilością wody do zlewki, w której był wytrącony, dodać 25 cm^3 kwasu azotowego i gotować pod przykryciem przez 15 min. Po ostudzeniu roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Z otrzymanego roztworu odmierzyć pipetą 20 cm^3 do zlewki pojemności 400 cm^3, dodać 5 cm^3 kwasu azotowego i rozcieńczyć wodą do objętości około 100 cm^3, dodać 50 cm^3 roztworu D i nakryć szkiełkiem zegarkowym. Roztwór ogrzewać pod wyciągiem tak, aby przed upływem 10 min osiągnął temperaturę wrzenia i utrzymywać w tej temperaturze przez 1 min. Następnie roztwór szybko ostudzić (w czasie krótszym niż 10 min) mieszając ostrożnie ruchem kołowym 3-4 razy. Roztwór znad osadu przesączyć przez sączek próżniowy G4, uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 250°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Osad przemyć 6-krotnie przez dekantację porcjami po 30 cm^3 wody, przenieść również na sączek i całość przemyć jeszcze 4-krotnie tak, aby za każdym razem woda była całkowicie odciągnięta. Sączek z osadem wysuszyć w temperturze 250°C do stałej masy (około 1 h).

Zawartość polifosforanów aktywnych w przeliczeniu na $NaPO_3$ (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0{,}046078 \cdot 500 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 20} = \frac{575{,}975 \cdot m_1}{m} \qquad (1)$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonego osadu, g,

m — odważka badanej próbki, g,

0,046078 — współczynnik przeliczeniowy fosforomolibdenianiu chinoliny na $NaPO_3$.

5.3.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań, między którymi różnica nie powinna przekraczać 0,4%.

5.3.3. Oznaczanie całkowitej zawartości fosforanów

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

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

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

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5N i 30-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 przenieść pipetą 20 cm^3 roztworu 1, przygotowanego wg 5.3.2.3, rozcieńczyć wodą do objętości 100 cm^3, dodać 20 cm^3 kwasu solnego i gotować ostrożnie pod przykryciem przez 30 min.

Po ostudzeniu roztworu do temperatury pokojowej dodać 3 krople oranżu metylowego i zobojętnić dokładnie: wstępnie 30-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego, a potem przy użyciu biurety 0,5N roztworem wodrotlenku sodowego do zabarwienia cebulkowego. Następnie dodać 5 kropli roztworu fenoloftaleiny, podgrzać do temperatury 50°C i miareczkować 0,5N roztworem wodorotlenku sodowego aż do pojawienia się czerwonej barwy.

Całkowitą zawartość fosforanów (X_2), w przeliczeniu na P_2O_5, obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot f \cdot 0{,}5 \cdot 0{,}07098 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 20} = \frac{88{,}725 \cdot V \cdot f}{m} \qquad (2)$$

w którym:

V — objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3,

f — poprawka na miano 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego,

m — odważka próbki, g,

0,07098 — ilość sześciometafosforanu sodowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości wilgoci. Odważyć 10,00 g sześciometafosforanu sodowego w naczynku wagowym uprzednio wysuszonym do stałej masy z dokładnością do 0,0002 g. Próbkę wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Badany sześciometafosforan sodowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli strata masy w wysuszonej próbce nie jest większa niż 50 mg.

5.3.5. Oznaczanie pH 1-procentowego roztworu wodnego

5.3.5.1. Aparatura — pehametr laboratoryjny.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,00 g badanego produktu, rozpuścić w 100 cm^3 wody destylowanej nie zawierającej węglanów i zmierzyć pH otrzymanego roztworu zgodnie z PN-77/C-04963.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemiczne, Tarnowskie Góry.

2. Normy związane

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

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-79/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

3. Dokumenty związane

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej Załącznik nr 10 do DKP (Dz. T i ZK z 1968 r. nr 4 poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami.

4. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-71/1728/6069-101.

5. Symbol wg SWW — 1331-42.