

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-70 6014-03
	Kwas fosforowy termiczny	
		Grupa katalogowa 1012

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas fosforowy termiczny otrzymywany przez spalanie fosforu białego i absorpcję powstałego P_2O_5 w wodzie.

Kwas ortofosforowy ma:

- a) wzór chemiczny - H_3PO_4
b) masę cząsteczkową - 98,04

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas ortofosforowy stosuje się do produkcji fosforanów, trawienia metali, barwienia tkanin, zmiękczenia mas plastycznych oraz do innych celów.

2. PODZIAŁ I CZNACZENIE2.1. Podział

2.1.1. Rodzaje. Rozróżnia się dwa rodzaje kwasu fosforowego termicznego:

- bezarsenowy - A,
techniczny - B.

2.1.2. Gatunki. W kwasie fosforowym termicznym technicznym (rodzaj B) rozróżnia się dwa gatunki I i II.

2.2. Przykład oznaczenia kwasu fosforowego termicznego rodzaju B gatunku I:

KWAS FOSFOROWY TERMICZNY B1 BN-70/6014-03

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje		
	A	B	
		gatunki	
		I	II
a) Postać		płyn	
b) Barwa		bezbarwny płyn lekko żółty	
c) Kwasu fosforowego (H_3PO_4), %, co najmniej	75	75	70
d) Związków żelaza w przeliczeniu na Fe, %, najwyżej	0,1	0,2	nie normalizuje się
e) Siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} , %, najwyżej	0,015	0,015	nie normalizuje się
f) Substancji redukujących $KMnO_4$ w przeliczeniu na H_3PO_3 , najwyżej	0,2	0,2	nie normalizuje się
g) Związków arsenu w przeliczeniu na As_2O_3 , %, najwyżej	0,0005	0,01	nie normalizuje się
h) Substancji nierozpuszczalnych, g/dm ³ , najwyżej	0,2	0,2	0,6

Zakłady Chemiczne „Alwernia”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 27 stycznia 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 9/1970 poz. 81)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas fosforowy termiczny należy pakować do cystern kwasoodpornych; dopuszcza się również pakowanie do pojemników polietylenowych o pojemności 30 dm³ lub 60 dm³ zgodnych z ZN-73/MPCh/TS-1104.

Na każdej cysternie należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących wg PN-76/O-79252 p. 2.3.6,
- d) napis ostrzegawczy: "Ostrożnie środek szkodliwy - substancja żrąco-parząca" - wykonany czerwonymi literami na białym tle.

Na każdym pojemniku polietylenowym umieścić trwały napis lub przymocować w sposób trwały wywieszkę z napisem zawierającym co najmniej:

- a) nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) znak niebezpieczeństwa dla substancji żrących wg PN-76/O-79251 p. 2.3.6,
- d) napis ostrzegawczy: "Ostrożnie środek szkodliwy - substancja żrąco-parząca" - wykonany czerwonymi literami na białym tle,

- e) numer partii,
- f) masę brutto i netto.

Za zgodą odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj opakowania, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż podane opakowanie i ma wymiary zgodne z systemem wymiarowym opakowań.

4.2. Przechowywanie. Kwas fosforowy należy przechowywać w zbiornikach ze stali kwasoodpornej lub w pojemnikach polietylenowych w pomieszczeniach przewiewnych lub na otwartej przestrzeni.

4.3. Transport. Kwas fosforowy w cysternach kwasoodpornych należy przewozić z zachowaniem przepisów Ministerstwa Komunikacji w sprawie bezpieczeństwa przy przewozie kolejną materiałów niebezpiecznych klasy V.

Kwas fosforowy w opakowaniach jednostkowych należy przewozić krytymi środkami transportu kolejowego lub samochodowego z zachowaniem przepisów Ministerstwa Komunikacji w sprawie bezpieczeństwa przy przewozie kolejną materiałów niebezpiecznych klasy V lub przepisów Ministerstwa Komunikacji i Spraw Wewnętrznych w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych, dotyczących materiałów klasy V. Opakowania w środku transportowym należy ustawiać w pozycji stojącej (zamknięciem do góry), ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego, a ewentualne luki wypełnić materiałem amortyzującym w taki

sposób, aby ładunek tworzył zwartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem i uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Program badań

Rodzaje badań	Grupa badań		Badania wg
	pełnych	niepełnych	
a) oględziny zewnętrzne	+	+	5.3.1
b) oznaczanie zawartości kwasu fosforowego (H ₃ PO ₄)	+	+	5.3.2
c) oznaczanie zawartości związków żelaza	+	+	5.3.3
d) oznaczanie zawartości siarczanów	+	+	5.3.4
e) oznaczanie zawartości substancji redukujących KMnO ₄	+		5.3.5
f) oznaczanie zawartości arsenu	+	+	5.3.6
g) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych	+	+	5.3.7
+ oznacza obowiązek prowadzenia badań.			

Badania niepełne należy przeprowadzić dla każdej partii.

Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy.

5.2. Kontrola jakości

5.2.1. Skład i liczność partii. Za partię produktu uważa się jedną cysternę wypełnioną kwasem fosforowym lub zawartość 250 pojemników polietylenowych jednego rodzaju i gatunku.

5.2.2. Sposób pobierania próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500. Próbkę należy pobierać z każdej cysterny, a w przypadku dostaw w opakowaniach jednostkowych należy wybrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następującą liczbę opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbki
do 3	wszystkie
4 - 5	3
6 - 15	5
16 - 25	7
26 - 63	8
64 - 160	9
161 - 250	10

Z każdej cysterny należy pobrać próbnikiem nr 2, o długości 1600 mm wg PN-74/C-60008, z całej wysokości słupa cieczy, próbki pierwotne o łącznej objętości próbki ogólnej około 3 dm^3 .

W przypadku dostaw kwasu fosforowego w opakowaniach jednostkowych, z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbnikiem nr 1, o długości 1000 mm wg PN-74/C-60008, dwie próbki pierwotne, każda o objętości co najmniej 100 cm^3 . Jeśli suma objętości pobranych próbek pierwotnych jest mniejsza niż objętość próbki ogólnej, to objętość próbek pierwotnych należy odpowiednio zwiększyć.

Pobrane próbki pierwotne należy wlać do czystego, suchego naczynia i dobrze wymieszać. Z tak otrzymanej próbki ogólnej, której objętość powinna wynosić co najmniej 3 dm^3 , należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o objętości 2 dm^3 i następnie podzielić ją na dwie równe części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą należy przechowywać do analizy rozjemczej w ciągu 1 miesiąca.

5.3. Opis badań

5.3.1. Ogledziny zewnętrzne polegają na sprawdzeniu nieuzbrojonym okiem postaci barwy.

5.3.2. Oznaczanie zawartości kwasu ortofosforowego

5.3.2.1. Zasada metody. Miareczkowanie kwasu fosforowego mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec tymolaftaleiny.

5.3.2.2. Odczynniki i roztwory

- Tymolaftaleina, roztwór 0,1-procentowy w alkoholu etylowym.
- Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 1 - molowy.

5.3.2.3. Wykonanie oznaczania. Około 2 g badanego kwasu fosforowego odważyć z dokładnością do 0,0002 g w zamkniętym naczyniu wagowym. Próbkę przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 , dodać 100 cm^3 wody, $0,5 \text{ cm}^3$ roztworu tymolaftaleiny i po wymieszaniu miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania niebieskiego zabarwienia wskaźnika.

5.3.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość kwasu fosforowego - H_3PO_4 (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,049 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 4,9}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 1 - molowego roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m - odważka badanego kwasu fosforowego termicznie-

30, g,

0,049 - ilość kwasu fosforowego (H_3PO_4), odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 1 - molowemu roztworowi wodorotlenku sodowego,

5.3.2.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń równoległych, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5 % wyniku niższego.

5.3.3. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.3.1. Zasada metody. Zawartość żelaza w kwasie fosforowym oznacza się metodą kolorymetryczną za pomocą kwasu sulfosalicylowego.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory

- Amoniak cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
- Chlorek amonowy cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
- Kwas fosforowy cz. d. a.
- Kwas sulfosalicylowy, roztwór 10-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 30-procentowy.
- Roztwór wzorcowy żelaza (Fe^{3+}) przygotowany wg PN-81/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10 : 100. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera $0,01 \text{ mg Fe}^{3+}$.

5.3.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanego kwasu fosforowego odważonego z dokładnością do 0,2 g przenieść ilościowo do kolby pomiarowej o pojemności 1000 cm^3 i uzupełnić wodą do kreski.

Przygotować sześć cylindrów z doszlifowanymi korkami o pojemności 100 cm^3 i oznaczyć je kolejno.

Do pierwszego cylindra odmierzyć 10 cm^3 przygotowanego badanego kwasu fosforowego, a do pozostałych cylindrów odmierzyć tę samą ilość kwasu fosforowego i dodać kolejno 2, 4, 6, 8 i 10 cm^3 roztworu wzorcowego zawierającego Fe^{3+} . Następnie roztwory znajdujące się w cylindrach zubożyć roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka wskaźnikowego, dodać 2 cm^3 roztworu kwasu sulfosalicylowego, a po wymieszaniu 10 cm^3 roztworu chloru amonowego, 5 cm^3 roztworu amoniaku, dopełnić wodą do objętości 50 cm^3 i wymieszać. Porównać żółte zabarwienie badanego roztworu ze skalą wzorcową.

5.3.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0001 \cdot 1000 \cdot 100}{m \cdot 10} = \frac{V \cdot 0,1}{m}$$

w którym:

V - ilość roztworu wzorcowego wykazującego takie samo zabarwienie jak badana próbka, cm^3 ,

m - odważka badanego kwasu fosforowego, g.

5.3.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,05 %.

5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.3.4.1. Zasada metody. Zawartość siarczanów w kwasie fosforowym oznacza się metodą turbidymetryczną.

5.3.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 25-procentowy.

b) Wzorcowy roztwór siarczanów, przygotowany wg PN-81/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm³ roztworu zawiera 0,01 mg SO₄²⁻.

5.3.4.3. Przygotowanie próbek kwasu fosforowego 25 g badanego kwasu fosforowego odważonego z dokładnością do 0,01 g przenieść ilościowo do zlewki o pojemności 400 cm³, rozcieńczyć wodą do około 200 cm³ i zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka wskaźnikowego.

Następnie przelać do kolby pomiarowej o pojemności 500 cm³ i dopełnić wodą do kreski. Przesączyć przez suchy sączek do suchego naczynia, pierwszą porcję przesączać odrzucić.

5.3.4.4. Wykonanie oznaczania zawartości siarczanów przeprowadzić wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 sposobem A.

Roztwór porównawczy przygotować w taki sam sposób jak roztwór badany, pobierając zamiast badanego kwasu roztwór wzorcowy w ilości 37,5 cm³ przygotowany wg 5.4.3.2d).

5.3.4.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,005 %.

5.3.5. Oznaczanie substancji redukujących KMnO₄. Odważyć 25 g badanego kwasu z dokładnością do 0,001 g i wykonać oznaczenie zgodnie z BN-75/6014-05 p. 2.13.

5.3.6. Oznaczanie zawartości arsenu

5.3.6.1. Przygotowanie próbki kwasu fosforowego. Około 25 g kwasu fosforowego zważonego z dokładnością do 0,01 g przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić do kresy wodą destylowaną oraz dokładnie wymieszać.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania zawartości arsenu przeprowadzić metodą fotokolorymetryczną wg PN-81/C-04511 p. 2.4 pobierając do analizy

a) dla kwasu bezarsenowego (A) – 20 cm³ roztworu przygotowanego wg 5.3.6.1,

b) dla kwasu technicznego (B) – 1 cm³ roztworu kwasu fosforowego przygotowanego wg p. 5.3.6.1.

Skalę wzorcową należy wykonać zgodnie z PN-81/C-04511 p. 2.4.5.

5.3.6.3. Obliczanie wyników. Zawartość As₂O₃ (X₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 500 \cdot 100 \cdot 1,32}{m \cdot V \cdot 1000} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 66,0}{mV}$$

w którym:

m₁ – zawartość arsenu w próbce badanej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m₂ – zawartość arsenu w ślepej próbce odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m – odważka badanego kwasu fosforowego, g,

1,32 – współczynnik przeliczeniowy As na As₂O₃.

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

5.3.7. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych

5.3.7.1. Zasada metody. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie fosforowym oznacza się wagowo.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Kwas fosforowy dobrze wymieszać, odmierzyć cylindrem pomiarowym pojemności 100 cm³, a następnie przesączyć pod próżnią przez tygiel z dnem porowatym G4 wysuszony do stałej masy w temperaturze 105 ± 110 °C i zważony z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość przemyć wodą destylowaną do obojętnego odczynu przesączać. Osad w tyglu suszyć w temperaturze 105 ± 110 °C do stałej masy.

5.3.7.3. Obliczanie wyników

Zawartość części nierozpuszczalnych (X₄) obliczyć w g/dm³ według wzoru

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{100} = 10 (m_1 - m_2)$$

w którym:

m₁ – masa tygla G4 wraz z osadem, g,

m₂ – masa tygla G4, g.

5.3.7.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,07 %.

5.4. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii kwasu fosforowego odpowiadającego wymaganiom normy wytwórca powinien wystawić zaświadczenie o wynikach badań, w którym należy podać:

a) nazwę lub znak zakładu produkującego,

b) oznaczenie produktu wg 2.2,

c) numer partii lub datę produkcji,

d) wielkość partii,

e) datę wystawienia zaświadczenia,

f) wyniki badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Zakłady Chemiczne ALWERNIA.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-64/MPCh/N-104

- a) zmieniono metodę oznaczania kwasu fosforowego,
 - b) zmieniono metodę oznaczania zawartości substancji nierozpuszczalnych,
 - c) zmieniono wymagania dotyczące zawartości siarczanów, substancji redukujących KMnO_4 oraz substancji nierozpuszczalnych,
 - d) zmieniono metodę oznaczania zawartości arsenu.
- Dotychczas obowiązująca ZN-64/MPCh/N-104 zostaje unieważniona.

3. Normy związane

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

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie matych zawartości arsenu

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

PN-81/C-06500 Analizy chemiczne. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-76/O-79251 Opakowania jednostkowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-75/6014-05 Kwas fosforowy. Metody badań

ZN-73/MPCh/TS-1104 Tworzywa sztuczne. Pojemniki 30 i 60 dm³

4. Dokumenty międzynarodowe i normy związane

ZSRR ГОСТ 10678-63 Кислота ортофосфорная термическая

NRD TGL 20870 – Blatt 9. Orthophosphorsäure

5. Symbol wg SWW; 1221-441.6. Wydanie 3 – stan aktualny; sierpień 1981 – uaktual-

niono normy związane, zmieniono metodę oznaczania zawartości arsenu, powołano normę BN-75/6014-05 oraz zmieniono układ normy.