

SRODKI POMOCNICZE DO POWLEKANIA METALI	NORMA BRANŻOWA	BN-76 <i>el</i> 6068-08
	Kwas fosforowy do celów galwanotechnicznych	
	Zamiast BN-67/6068-08	
	Grupa katalogowa X 12	

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest kwas fosforowy przeznaczony do celów galwanotechnicznych. Kwas fosforowy ma:

wzór chemiczny H_3PO_4 ,
 ciężar cząsteczkowy 97,99531,
 Kwas fosforowy jest produktem szkodliwym.

2. OZNACZANIE

KWAS FOSFOROWY GALWAN. B-75/6068-08

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas fosforowy do celów galwanotechnicznych powinien być cieczą bezbarwną, klarowną, o gęstości (d_4^{20}) nie mniejszej niż 1.698.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Składnik	Zawartość
a) Kwasu fosforowego i fosforanów w przeliczeniu na H_3PO_4 , %, nie mniej niż	85
b) Wolnych kwasów w przeliczeniu na H_3PO_4 , %, nie mniej niż	83
c) Związków żelaza w przeliczeniu na Fe^{3+} , %, nie więcej niż	0,4
d) Siarczanów w przeliczeniu na SO_4^{2-} , %, nie więcej niż	0,6
e) Związków wapnia w przeliczeniu na Ca^{2+} , %, nie więcej niż	0,5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Kwas fosforowy do celów galwanotechnicznych należy pakować w sposób za-

pewniający szczelność opakowania i zachowanie wymaganej czystości produktu. Opakowanie powinno być zabezpieczone (np. przez banderolę lub zaplombowanie) w sposób umożliwiający stwierdzenie, czy nie zostało otwarte przez osoby niepowołane. Opakowanie powinno być przystosowane do szybkiego, łatwego i wielokrotnego otwierania bez utraty wymaganych właściwości produktu.

Opakowanie transportowe powinno dodatkowo zapewniać trwałość w czasie transportu.

Na opakowaniu należy umieścić w sposób trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórcy,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii,
- d) masę netto,
- e) czerwony napis na białym tle. **OSTROŻNIE ŚRODEK SZKODLIWY**,

f) znak informujący o właściwościach produktu wg PN-67/0-79252,

g) napis w języku polskim informujący o właściwościach substancji, tj. jej szkodliwym działaniu dla zdrowia ludzi i zwierząt oraz o konieczności zachowania ostrożności.

4.2. Przechowywanie. Kwas fosforowy do celów galwanotechnicznych należy przechowywać w pozycji zamknięciem do góry, w pomieszczeniu magazynowym przeznaczonym do składowania kwasów, zasad i soli, jednakże w taki sposób, aby uniemożliwić zmieszanie się kwasu fosforowego z zasadami w razie przypadkowego uszkodzenia opakowania.

Ilości do 1 kg mogą być przechowywane w pomieszczeniach laboratoryjnych.

4.3. Transport. Kwasu fosforowego do celów galwanotechnicznych w ilości ponad 10 kg nie

Zgłoszona przez Instytut Mechaniki Precyzyjnej

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Urządzeń Technologicznych TECHMA dnia 18 czerwca 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 stycznia 1977 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 19/1976 poz. 68)

należy transportować tym samym pojazdem co wodorotlenki metali alkalicznych lub inne substancje, z którymi wchodzi w reakcję chemiczną z wydzieleniem ciepła.

Kwas fosforowy do celów galwanotechnicznych należy transportować w pozycji zamknięciem do góry zabezpieczając przed przewróceniem się lub przesuwaniami się opakowania.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań. Badania obejmują:

- sprawdzenie postaci, barwy, klarowności i nieobecności obcych wtrąceń (3.1),
- oznaczanie ciężaru właściwego (3.1),
- oznaczanie zawartości kwasu fosforowego i fosforanów (3.2a),
- oznaczanie zawartości wolnych kwasów (3.2b),
- oznaczanie zawartości związków żelaza (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości związków wapnia (3.2e).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować zasady wg PN-67/C-04500. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy pobrać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, liczbę opakowań wg tabl. 2.

Z każdego opakowania jednostkowego pobranego do badań należy pobrać 2 próbki pierwotne próbnikiem 1 lub 5 wg PN-74/C-60008, zagłębiając go dowolnym ruchem jednostajnym do samego dna opakowania.

Każdą pobraną próbkę w ilości 250÷500 cm³ umieścić w dobrze zamkniętym naczyniu szklanym, z którego będą pobierane próbki do poszczególnych badań.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy pobrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6÷ 15	5
16÷ 25	7
26÷ 63	8
64÷160	10
ponad 160	16, jednak nie mniej niż 5%

Przed pobraniem każdej próbki do badań zawartość naczynia należy dobrze wymieszać.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie postaci, barwy i klarowności należy wykonać przez oglądanie próbki w warstwie 15÷20 mm na białym tle, nieuzbrojo-

nym okiem w świetle dziennym.

5.3.2. Oznaczanie gęstości. Piknometr o pojemności 25 lub 50 cm³ zważony i wykalibrowany świeżo przegotowaną wodą destylowaną o temperaturze 4°C należy umyć starannie, przepłukać wodą destylowaną i wysuszyć. Napełnić badanym kwasem fosforowym i nie zamykając szyjki wlewowej ani rurki przelewowej wstawić na 1 h do termostatu zapewniającego utrzymanie temperatury 20±0,2°C. Po upływie tego czasu należy zamknąć otwór wlewowy, następnie rurkę przelewową, usunąć ewentualne resztki kwasu z zewnątrz piknometru i zważyć z dokładnością do 0,1 g. Gęstość badanego kwasu fosforowego (*d*) oblicza się wg wzoru

$$d = \frac{A - T}{W - T}$$

w którym:

- A* — masa kwasu fosforowego o temperaturze 20°C wraz z piknometrem, g,
- W* — masa wody o temperaturze 4°C wraz z piknometrem, g,
- T* — masa piknometru, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,5%.

5.3.3. Oznaczanie zawartości kwasu fosforowego i fosforanów oraz wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas fosforowy

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- Chlorek sodowy, cz.
- Fenoloftaleina, alkoholowy roztwór 0,1-procentowy lub tymoloftaleina, alkoholowy roztwór 0,2-procentowy,
- Oranz metylowy, roztwór 0,1-procentowy lub zielen bromokrezolowa, roztwór 0,2-procentowy,
- Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,5 N.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g badanego kwasu fosforowego z dokładnością do 0,002 g, dodać około 100 cm³ wody i 3 krople oranżu metylowego. Miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do jasnożółtej barwy. Do porównania zabarwienia przyrządzić roztwór wzorcowy kwaśnego fosforanu jednosodowego, w takim samym stężeniu i o jednakowej ilości wskaźnika. W przypadku użycia zieleni bromokrezolowej zamiast oranżu metylowego, należy miareczkować do pojawienia się niebieskiego zabarwienia.

Objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania wynosi *V*₁ cm³.

Następnie dodać około 20 g chlorku sodowego, 3 krople fenoloftaleiny i miareczkować do różowego zabarwienia. W przypadku stosowania oranżu metylowego do pierwszego miareczkowa-

nia, można przy drugim miareczkowaniu zamiast fenoloftaleiny użyć tymoloftaleinę, nie dodawać chlorku sodowego i miareczkować do niebieskiego zabarwienia. Intensywność zabarwienia można porównać z roztworem wzorcowym kwaśnego fosforanu dwusodowego o takim samym stężeniu i ilości wskaźnika.

Objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do drugiego miareczkowania wynosi V_2 cm³.

5.3.3.3. Obliczanie

a) Zawartość kwasu fosforowego i fosforanów w przeliczeniu na kwas fosforowy H_3PO_4 w procentach (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot 0,049 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

V_2 — objętość ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania wobec fenoloftaleiny po dodaniu chlorku sodowego lub wobec tymoloftaleiny, cm³,

m_1 — odważka kwasu fosforowego, g,

0,049 — ilość kwasu fosforowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego, g,

b) Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na kwas fosforowy H_3PO_4 w procentach (H_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,049 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,5 N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania wobec oranżu metylowego lub zieleni bromokrezolowej, cm³,

reszta oznaczać jak w poz. a).

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

5.3.4. Oznaczanie związków żelaza

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas sulfosalicylowy, roztwór nasycony.
- Nadtlenek wodoru, roztwór 30-procentowy.
- Octan sodowy, roztwór około 35-procentowy.

d) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,05 N; miano roztworu sprawdzić na wzorcowym roztworze żelaza.

e) Wodorotlenek sodowy, roztwór około 1 N.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyc około 5 g badanego kwasu fosforowego z dokładnością do 0,002 g, dodać 100 cm³ wody, 3 krople nadtlenku wodoru i doprowadzić roztworem wodo-

rotlenku sodowego do pH=2. Po dodaniu kilku kropli roztworu octanu sodowego i 3 cm³ kwasu sulfosalicylowego miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia brunatno-czerwonego zabarwienia w jasno-żółte.

5.3.4.3. Obliczanie. Zawartość związków żelaza w przeliczeniu na jony żelaza Fe^{3+} w procentach (X_3) obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_3 \cdot 0,0027925 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

V_3 — objętość ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m_2 — odważka kwasu fosforowego, g,

0,0027925 — ilość żelaza w gramach odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 5%.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory. Chlorek barowy, roztwór 1-procentowy.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 50 g badanego kwasu fosforowego odważonego z dokładnością do 0,02 g przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i przesączyć przez sączek bibułowy średniej gęstości, 100 cm³ tego roztworu ogrzać do wrzenia w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 100 cm³ roztworu chlorku barowego, jednocześnie mieszając zawartość zlewki pozostawić na łaźni wodnej na okres 30 min, po czym przesączyć przez gęsty sączek bibułowy i przemywać gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na jony Cl^- . Sączek z osadem siarczanu barowego przenieść do tygla porcelanowego (uprzednio wyprażonego w temperaturze 800°C do stałej masy), ostrożnie spalać i prażyć w temperaturze około 800°C do stałej masy. Przed ważeniem tygiel ostudzić w eksykatorze.

5.3.5.3. Obliczanie. Zawartość siarczanów SO_4^{2-} w procentach (X_4) obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_3 \cdot 500 \cdot 0,4115 \cdot 100}{m_4 \cdot 10} = \frac{m_3 \cdot 205,75}{m_4}$$

w którym:

m_3 — masa osadu siarczanu barowego, g,

m_4 — odważka badanego kwasu fosforowego, g,

0,4115 — jest mnożnikiem do przeliczania masy siarczanu barowego na masę jonów SO_4^{2-} .

5.3.5.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń

różniących się między sobą nie więcej niż o 1%.

5.3.6. Oznaczanie zawartości związków wapnia

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas cytrynowy, roztwór 10-procentowy.
- Kwas siarkowy ($d=1,83$) rozcieńczony wodą w stosunku 1 : 1.
- Nadmanganian potasowy, roztwór 0,1 N.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- Szczawian amonowy, roztwór nasycony,
- Wodorotlenek amonowy, roztwór 10-procentowy.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 3 g badanego kwasu fosforowego z dokładnością do 0,002 g, dodać około 50 cm³ wody i podgrzać do wrzenia. Do gorącego roztworu dodać wodorotlenku amonowego do wytrącenia osadu (pH=6), utrzymując temperaturę 60÷70°C, następnie stale mieszając i podgrzewając dodać roztworu kwasu cytrynowego do całkowitego rozpuszczenia poprzednio wytrąconego osadu. Do podgrzanego roztworu wlać 20 cm³ nasyconego roztworu szczawianu amonowego, kilka kropli oranżu metylowego i ewentualnie kilka kropli amoniaku do uzyskania żółtej barwy. Pozostawić na około 1 h do opadnięcia osadu, następnie przesączyć przez nieduży sącdek bibułowy przemywając zlewkę, sącdek i osad kilkoma małymi porcjami zimnej wody. Osad z sączka spłukać małą ilością gorącej wody do zlewki, w której uprzednio przeprowadzono strącanie, następnie nad tą samą zlewką przemyć sącdek kwasem siarkowym biorąc do tego celu 20 cm³ kwasu.

Zawartość zlewki uzupełnić wodą do objętości około 120 cm³, ogrzać do temperatury około 70°C i miareczkować 0,1 N roztworem nadmanganianu potasowego do różowego zabarwienia.

5.3.6.3. Obliczanie. Zawartość związków wapnia w przeliczeniu na jon wapniowy Ca²⁺ w procentach (X_5) obliczyć wg wzoru

$$X_5 = \frac{V_4 \cdot 0,002 \cdot 100}{m_5} = \frac{0,2 \cdot V_4}{m_5}$$

w którym:

- V_4 — objętość ściśle 0,1 N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego na miareczkowania, cm³,
- m_5 — odważka badanego kwasu fosforowego, g,
- 0,002 — ilość wapnia, odpowiadająca pośrednio 1 cm³ ściśle 0,1 N roztworu nadmanganianu potasowego.

5.3.6.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 5%.

5.4. Ocena wyników badań. Badany kwas fosforowy do celów galwanotechnicznych odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wyniki wszystkich badań są zgodne z treścią p. 3.

5.5. Zaświadczenie o wynikach badań. Producent obowiązany jest przedstawić zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/6068-08

- zmieniono wymagania w zakresie barwy produktu i jego przechowywania,
- dodano ostrzeżenie o szkodliwym działaniu preparatu,
- skorygowano i poprawiono metody badań,
- dostosowano jednostki do układu SI,
- dodano wymagania dostarczania zaświadczenia przez producenta.

3. Normy związane

- PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek
 - PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
 - PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- 4. Autorzy projektu normy** — dr inż. S. Bagdach, doc. dr J. Socha, mgr I. Zagrodzka — Instytut Mechaniki Precyzyjnej w Warszawie.