

MATERIAŁY BUDOWLANE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Skalne surowce mineralne	6710-03/24
	Metody badań	
	Oznaczanie zawartości krzemionki (SiO ₂)	Grupa katalogowa 0710

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy jest oznaczanie zawartości krzemionki (SiO₂).

1.2. Zakres stosowania i postanowienia ogólne — wg BN-86/6710-03/01.

— Przy zawartości krzemionki (SiO₂) poniżej 95%(m/m) należy stosować metodę wagową przez odpędzenie fluorku krzemowego.

— Przy zawartości krzemionki (SiO₂) powyżej 95% należy stosować metodę wagową przez stapianie.

2. METODY BADAŃ

2.1. Metoda wagowa przez odpędzanie fluorku krzemowego — SiF₄

2.1.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na odpędzaniu krzemionki z kwasem fluorowodorowym w obecności kwasu siarkowego w postaci lotnego fluorku krzemowego (SiF₄) oraz określeniu zawartości SiO₂ z różnicy masy próbki przed i po działaniu kwasu fluorowodorowego.

2.1.2. Przyrządy

a) Piec elektryczny umożliwiający utrzymanie temperatury 800 ± 50°C.

b) Suszarka elektryczna umożliwiająca utrzymanie temperatury 105 ÷ 110°C.

c) Waga analityczna o dokładności ważenia do 0,0002 g.

d) Tygle platynowe.

e) Szczypce metalowe z platynowymi nasadkami.

2.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas fluorowodorowy 40%(m/m).

b) Kwas siarkowy (1,18).

2.1.4. Wykonanie oznaczania. W tyglu platynowym odważyć 1,0 g próbki analitycznej przygotowanej wg BN-86/6710-03/02, wysuszyć do stałej masy (*m*) wg PN-81/C-01055. Zawartość tygla zwilżyć wodą oraz dodać 5 kropli kwasu siarkowego. Umieścić tygiel na łaźni piaskowej lub płytce grzejnej i odpędzić nadmiar kwasu siarkowego do zaprzestania wydzielania się dy-

mów SO₃. Wyprażyć próbkę do stałej masy w temperaturze 800°C i zważyć (*m*₁). Ponownie zwilżyć próbkę wodą, dodać 15 kropli kwasu siarkowego i około 20 ml kwasu fluorowodorowego. Umieścić tygiel na łaźni wodnej i ogrzewać do całkowitego rozłożenia się próbki. Przenieść tygiel na łaźnię piaskową lub płytkę grzejną i usunąć krzemionkę odparowując zawartość tygla do zaprzestania wydzielania się dymów SO₃. Wyprażyć w piecu w temperaturze 800°C i zważyć. Celem sprawdzenia całkowitego rozłożenia się próbki i usunięcia krzemionki ponownie dodać 5 kropli kwasu siarkowego oraz 15 ml kwasu fluorowodorowego i odparować na łaźni piaskowej do sucha. Wyprażyć w piecu w temperaturze 800°C i ponownie zważyć (*m*₂). Czynność dodawania kwasu siarkowego i fluorowodorowego należy powtarzać do uzyskania stałej masy po wyprażeniu tygla z pozostałością w temperaturze 800°C. Z różnicy mas obliczyć zawartość krzemionki w próbce. Pozostałość po usunięciu krzemionki po stopieniu z pirosiarczanem potasu i przeprowadzeniu do roztworu, można wykorzystać do oznaczania zawartości tlenku glinowego (Al₂O₃), tlenku żelazowego (Fe₂O₃), tlenku tytanowego (TiO₂), tlenku wapniowego (CaO), tlenku magnezowego (MgO) w badanej próbce.

2.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość krzemionki (*X*) obliczyć w procentach (*m/m*) wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m — masa wysuszonej próbki, g,

*m*₁ — masa tygla z próbką po działaniu H₂SO₄ i prażeniu w 800°C, g,

*m*₂ — masa tygla z pozostałością po usunięciu krzemionki, g.

2.1.6. Różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać:

0,30%(m/m) przy zawartości krzemionki 95%(m/m),
0,40%(m/m) przy zawartości krzemionki powyżej 95%(m/m).

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Kruszyw Budowlanych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Techniki Budowlanej w Warszawie dnia 9 września 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1986, poz. 30)

2.2. Metoda wagowa przez stapianie próbek

2.2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na stapianiu węglanem sodowym wyprażonej w temperaturze 1000°C próbki, wydzielaniu kwasu krzemowego za pomocą dwukrotnego odparowania z kwasem solnym i odpędzeniu uzyskanego dwutlenku krzemu z wyprażonego osadu przez działanie kwasem fluorowodorowym.

2.2.2. Przyrządy

- Piec elektryczny umożliwiający utrzymanie temperatury $1000 \pm 50^\circ\text{C}$.
- Suszarka elektryczna umożliwiająca utrzymanie temperatury $105 \div 110^\circ\text{C}$.
- Waga analityczna o dokładności ważenia do 0,0002 g.
- Tygle platynowe z pokrywkami.
- Szczypce metalowe z platynowymi nasadkami.

2.2.3. Odczynniki i roztwory

- Węglan sodowy, bezwodny.
- Kwas solny (1,18) i roztwory 1+1 i 1+9.
- Kwas siarkowy, roztwór 1+1.
- Kwas fluorowodorowy 40%(m/m).
- Kwas azotowy (1,42).
- Pirosiarczan potasowy.
- Azotan srebra, roztwór 1%(m/m).

2.2.4. Wykonanie oznaczania. W tyglu platynowym odważyć 1,0 g próbki analitycznej przygotowanej wg BN-86/6710-03/02 i wysuszyć do stałej masy (m) wg PN-81/C-01055. Wyprażyć próbkę w warunkach utleniających w temperaturze 1000°C w ciągu 1 h. Wyprażoną próbkę należy wymieszać z 6 g węglanu sodowego, nakryć tygiel pokrywką platynową i ogrzewać w piecu lub nad palnikiem Meker'a podwyższając temperaturę do 1000°C, do uzyskania jednorodnego ciekłego stopu. Tygiel oziębic, włożyć wraz z pokrywką do parowniczkę szklanej lub porcelanowej pojemności 300 ml, dodać porcjami 50 ml wody, przykryć parowniczkę szkiełkiem zegarkowym i dodać 50 ml roztworu kwasu solnego 1+1. Ogrzewać na płytce grzejnej dopóki zawartość tygla nie rozpuści się całkowicie. Po rozpuszczeniu się stopu, zdjąć szkiełko zegarkowe, opłukać je nad parownicą wodą, tygiel i pokrywkę przemyć również starannie wodą. Zawartość parowniczkę odparować do sucha na łaźni wodnej. Rozgnieść precjkiem szklanym utworzone grudki, po czym wstawić parownicę do suszarki o temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ na 1 h. Po ostudzeniu zwilżyć pozostałość 20 ml kwasu solnego (1,18), ogrzać do 50°C i pozostawić na 10 min, dodać 100 ml gorącej wody, wymieszać i po opadnięciu osadu przesączyć przez sączek ilościowy gęsty. Osad na sączku przemyć 2 ÷ 3 razy gorącym roztworem

kwasu solnego 1+9, a następnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jony chlorkowe. Przesącz przemieść do tej samej parownicy, odparować do sucha na łaźni wodnej i pozostawić w suszarce o temperaturze $105 \div 110^\circ\text{C}$ na 1 h. Po ostudzeniu pozostałość zawierającą wydzieloną dodatkowo niewielką ilość krzemionki zwilżyć 10 ml kwasu solnego (1,18) i po 10 min dodać 40 ml gorącej wody i kilka kropli kwasu azotowego, a następnie przesączyć przez mały, gęsty sączek i przemyć najpierw gorącym roztworem kwasu solnego 1+9, a potem gorącą wodą. Przesącz zachować. Oba sączki z osadami krzemionki umieścić w tyglu platynowym, w którym stapiano próbkę, wysuszyć, ostrożnie spopielić i wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałej masy, zważyć (m_1). Wyprażony osad w tyglu zwilżyć 5 kroplami roztworu kwasu siarkowego, dodać około 10 ml kwasu fluorowodorowego i odparować początkowo na łaźni wodnej, a po rozpuszczeniu się krzemionki ostrożnie na łaźni piaskowej do pojawienia się par kwasu siarkowego. Po ostudzeniu dodać ponownie 5 ml kwasu fluorowodorowego i odparować do sucha. Tygiel z pozostałością wyprażyć w piecu w temperaturze 1000°C w ciągu 30 min i po ostudzeniu w eksykatorze, zważyć (m_2). Pozostałość w tyglu stopić nad palnikiem Meker'a z niewielką ilością pirosiarczanu potasowego, rozpuścić w gorącej wodzie zakwaszonej kwasem solnym i otrzymany roztwór dołączyć do przesączu po krzemionce. Połączone roztwory przemieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

Roztwór w kolbie można wykorzystać przy wykonywaniu oznaczania zawartości tlenku glinowego Al_2O_3 , tlenku żelazowego Fe_2O_3 , tlenku tytanowego TiO_2 , tlenku wapniowego CaO i tlenku magnezowego MgO w badanej próbce.

2.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość krzemionki (X) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- m — masa wysuszonej próbki, g,
- m_1 — masa tygla z wyprażonym osadem, przed dodaniem kwasu fluorowodorowego, g,
- m_2 — masa tygla po usunięciu krzemionki, g.

2.2.6. Różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać:

- 0,30%(m/m) przy zawartości krzemionki do 60%(m/m),
- 0,50%(m/m) przy zawartości krzemionki 60 ÷ 95%(m/m).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Ośrodek Badań i Rozwojowy Przemysłu Kruszyw Budowlanych, Warszawa.

BN-86/6710-03/01 Skalne surowce mineralne. Metody badań. Zakres normy i postanowienia ogólne

BN-86/6710-03/02 Skalne surowce mineralne. Metody badań. Pobieranie i przygotowanie próbek

2. Normy związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań

3. Autor projektu normy — inż. Zyta Charkiewicz — COBR PKB.