

KRUSZYWA I WYPEŁNIACZE	NORMA BRANŻOWA	BN-83 <hr/> 6722-10.06
	Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym Badania chemiczne	
	Oznaczanie zawartości dwutlenku węgla w węglanach	
		Grupa katalogowa 0717

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości dwutlenku węgla znajdującego się w postaci węglanów w popiele lotnym i żużlu z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na działaniu rozcieńczonym, gorącym kwasem ortofosforowym na odważkę popiołu lub żużla i na ilościowym oznaczeniu wydzielającego się przy tym dwutlenku węgla, zaabsorbowanego w zestawie reakcyjno-absorpcyjnym z substancją reagującą.

2.2. Aparatura i przyrządy, Zestaw wg rysunku na str. 2.

2.3. Odczynniki i roztwory

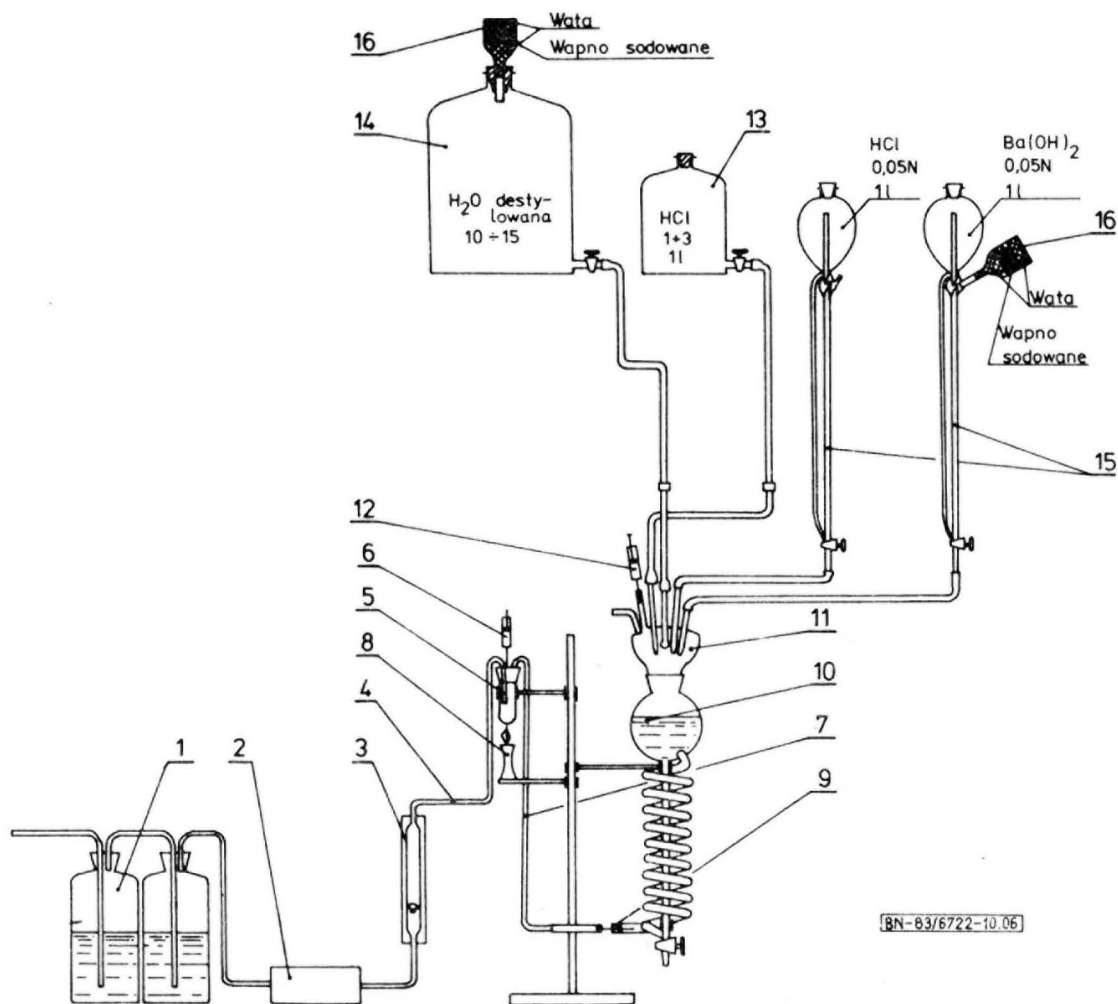
- a) Fenoloftaleina, wskaźnik, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy.
- b) Kwas ortofosforowy (1,25) cz. d. a., roztwór 40-procentowy.
- c) Kwas solny (1,19) cz. d. a., roztwór 0,05N oraz roztwór 1+3.
- d) Wapno sodowane lub azbest sodowany.
- e) Wodorotlenek barowy cz. d. a., roztwór 0,05N.
- f) Wodorotlenek potasowy cz., roztwór 40-procentowy.

2.4. Przygotowanie próbki analitycznej do oznaczenia

Próbkę analityczną popiołu lub żużla należy przygotować wg BN-82/6722-10.00 p. 2, 1.

2.5. Przygotowanie aparatury do oznaczania, Aparaturę do oznaczania należy zestawić zgodnie z rysunkiem.

Zgłoszona przez Instytut Energetyki
Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 21 października 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 16/1983 poz. 32)



BN-83/6722-10.06

1 - kolumna absorpcyjna wypełniona 40-procentowym roztworem wodorotlenku potasowego, przeznaczona do absorbowania dwutlenku węgla znajdującego się w atmosferze, 2 - pompka laboratoryjna ssąco-tłocząca, 3 - rotametr do mierzenia natężenia przepływu powietrza z szybkością $300 \text{ cm}^3/\text{min}$, 4 - wąż gumowy doprowadzający wytworzone ciśnienie powietrza, 5 - naczynie reakcyjne np. próbówka o wysokości $70 \pm 80 \text{ mm}$ i o średnicy $30 \pm 40 \text{ mm}$, 6 - strzykawka pojemności 10 cm^3 z igłą o wymiarach $0,63 \times 50 \text{ mm}$, do roztworu kwasu ortofosforowego, 7 - wąż gumowy odprowadzający mieszaninę powietrza i wytworzonego CO_2 do spirali absorpcyjnej, 8 - palnik spirytusowy lub gazowy do podgrzewania naczynka reakcyjnego, 9 - igła do strzykawki lekarskiej o wymiarach $1 \times 50 \text{ mm}$, łącząca wąż gumowy ze spiralą absorpcyjną, 10 - spirala absorpcyjna mająca 9 zwojów o średnicy $11,5 \text{ mm}$, 11 - głowica spirali, 12 - strzykawka pojemności 5 cm^3 , z igłą o wymiarach $0,63 \times 50 \text{ mm}$ do roztworu fenoloftaleiny, 13 - butla laboratoryjna z tubusem na roztwór kwasu solnego 1+3 o pojemności 1 dm^3 , 14 - butla laboratoryjna z tubusem na wodę destylowaną pojemności $10 \pm 15 \text{ dm}^3$, 15 - biurety automatyczne pojemności 50 cm^3 ze zbiornikami o pojemności 1 dm^3 , 16 - pochłaniacze szklane w kształcie lejka cylindrycznego napełnione watą i wapnem sodowym.

2.6. Wykonanie oznaczenia. Z próbki popiołu lotnego lub żużla przygotowanej wg 2.4, odważyć w łódeczce z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$:

- $0,2 \text{ g}$ przy spodziewanej zawartości dwutlenku węgla nie większej niż $4,0\%$,

- $0,1 \text{ g}$ przy spodziewanej zawartości dwutlenku węgla nie większej niż $4,0\%$.

Nadważkę przesypać ilościowo do naczynka reakcyjnego (5), dodać 5 cm^3 wody destylowanej (przegotowanej - wolnej od rozpuszczonego CO_2). Zamknąć naczynko reakcyjne korkiem, zamieszać, w celu całkowitego zwilżenia próbki nie dopuszczając do kontaktu korka z zawartością naczynka. Strzykawkę (6) napełnić roztworem kwasu ortofosfora-

wego wg 2.3b). Przemyć spiralę absorpcyjną (10); w tym celu włączyć pompkę (2) przepuszczając intensywny strumień powietrza, napełnić spiralę absorpcyjną wodą destylowaną, dodać około 1 cm^3 kwasu solnego 1+3 z butli (13) i przez $2 \pm 3 \text{ min}$ mieszać intensywnym strumieniem powietrza całą zawartość spirali absorpcyjnej. Opróżnić spiralę.

Następnie przepłukać dwukrotnie spiralę absorpcyjną wodą destylowaną, utrzymując intensywny przepływ powietrza. Oczyszczoną spiralę absorpcyjną napełnić wodą destylowaną do $3/4$ objętości (na rysunku zaznaczono kreską), dodać ze strzykawki (12) 4 ± 6 kropli fenoloftaleiny i w zależności od wartości pH roztworu doprowadzić roztwór do odczynu obojętnego poprzez odmiareczkowanie

0,05N roztworu wodorotlenku barowego względnie 0,05N roztworu kwasu solnego z biuret automatycznych (15).

W zależności od zawartości dwutlenku węgla w próbce popiołu lub żużla, dodać ściśle określoną ilość 0,05N roztworu wodorotlenku barowego wg tabl. 1

Tablica 1

Zawartość dwutlenku węgla, %	Odważka próbki g	Ilość roztworu 0,05N wodorotlenku barowego, cm ³
do 0,5	0,2	4
powyżej 0,5 do 2,0		8
powyżej 2,0 do 4,0		12
powyżej 4,0 do 6,0	0,1	16
powyżej 6,0 do 10,0 ¹⁾		24

1) W przypadku większej zawartości dwutlenku węgla niż 10% należy obliczyć ilość roztworu 0,05N wodorotlenku barowego.

Strumień natężenia powietrza zmniejszyć do 300 cm³/min. Po przygotowaniu zestawu reakcyjno-absorpcyjnego rozpocząć dozowanie, ze strzykawki (6), do naczynka reakcyjnego (5) kwasu ortofosforowego wg 2.3b). Dozować małymi porcjami, aby uniknąć burzliwej reakcji.

Po stwierdzeniu, że reakcja przebiega łagodnie, rozpocząć podgrzewanie naczynka bardzo małym płomieniem z palnika (8) nie dopuszczając do zagotowania zawartości. Czas trwania procesu roztwarzania nie powinien być dłuższy niż 10 min. Po tym czasie należy zwiększyć natężenie przepływu powietrza do 600 cm³/min i przystąpić do odmiareczkowania nie przereagowanego nadmiaru 0,05N roztworu wodorotlenku barowego roztworem 0,05N kwasu solnego. Po zakończeniu miareczkowania całą zawartość spirali absorpcyjnej opróżnić i ponownie przygotować cały zestaw do nowego oznaczania.

2.7. Ślepa próba. Niezależnie od wykonania oznaczania zawartości dwutlenku węgla w węglanach, oznaczyć zawartość dwutlenku węgla w odczynnikach, postępując zgodnie z 2.6 z tą różnicą, że do naczynka reakcyjnego nie należy wsypywać odważki popiołu lotnego lub żużla. Średnia arytmetyczna wyników dwóch ślepych prób nie powinna być większa niż 0,2%, różnica zaś między wynikami dwóch ślepych prób nie powinna być większa niż 0,2%.

2.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość dwutlenku węgla w węglanach (CO₂)_M^a w próbce analitycznej popiołu lub żużla obliczyć w procentach wg wzoru

$$(\text{CO}_2)_M^a = \frac{(V - V_1) - (V_2 - V_3) \cdot 0,001099}{m} \cdot 100$$

w którym:

V - całkowita objętość 0,05N roztworu wodorotlenku barowego przeznaczona do reakcji z wytworzonym dwutlenkiem węgla, cm³,

V₁ - całkowita objętość 0,05N roztworu kwasu solnego zużyta do odmiareczkowania nadmiaru 0,05N roztworu wodorotlenku barowego, cm³,

V₂ - całkowita objętość 0,05N roztworu wodorotlenku barowego przeznaczona do reakcji z wytworzonym dwutlenkiem węgla w ślepej próbce, cm³,

V₃ - całkowita objętość 0,05N kwasu solnego zużyta do odmiareczkowania nadmiaru 0,05N roztworu wodorotlenku barowego w ślepej próbce, cm³,

m - odważka popiołu lotnego lub żużla, g,

0,001099 - ilość CO₂, w gramach, odpowiadająca 1 cm³ 0,05N roztworu Ba(OH)₂.

2.9. Dopuszczalne różnice między wynikami oznaczeń - wg tabl. 2.

Tablica 2

Zawartość (CO ₂) _M ^a w próbce popiołu lotnego lub żużla	Największa dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń wykonanych	
	w tym samym laboratorium, z tej samej próbki popiołu lotnego lub żużla	w różnych laboratoriach z tej samej próbki popiołu lotnego lub żużla
%	% bezwzględne	
do 0,5	0,05	0,1
powyżej 0,5 do 2,0	0,2	0,4
powyżej 2,0 do 5,0	0,3	0,5
powyżej 5,0	0,5	0,8

2.10. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń wykonanych w tym samym laboratorium, spełniających wymagania p. 2.9.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Energetyki,
Warszawa,

2. Normy związane

BN-82/6722-10, 06 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym, Badania chemiczne, Postanowienia ogólne

3. Autor projektu normy - Norbert Szczyrba - Przedsiębiorstwo Zagospodarowania Odpadów Elektrycznych, Katowice,

4. Szczegółowa dokumentacja spirali absorpcyjnej znajduje się w Przedsiębiorstwie Zagospodarowania Odpadów Elektrycznych w Katowicach,