

| | | |
|-----------------------------|---|----------------------------|
| HUTNICTWO ŻELAZA I STALI | NORMA BRANŻOWA | BN-77/0602-20 Arkusz 03 |
| | Analiza chemiczna żużli rafinacyjnych. OZNACZANIE CAŁKOWITEJ ZAWARTOŚCI FLUORU.. | zamiast BN-71/0602-20 |
| | | Gr.kat.III 09 |

1. Zasada oznaczania. Stopienie próbki żużla w tyglu platynowym, w mieszaninie węglanu sodowo-potasowego z krzemionką. Ługowanie stopu w wodzie i odsączenie nierozpuszczalnej pozostałości /węglan wapniowy i krzemian glinowy/. Oznaczanie w przesączu fluoru metodą kompleksometryczną po uprzednim wydzieleniu tego pierwiastka w postaci fluorochlorku-ołowiawego /PbClF/.

2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas azotowy /1,4/; roztwór 1+1, 1+3
- b/ Kwas solny /1,18/; roztwór 1+1, 1+100
- c/ Amoniak /0,91/; roztwór 1+3
- d/ Węglan sodowo-potasowy;
- e/ Dwutlenek krzemu
- f/ Węglan sodowy, roztwór 1-procentowy
- g/ Chlorek sodowy; roztwór 5-procentowy
- h/ Chlorek ołowiawy; roztwór nasycony: 15 g PbCl₂ rozpuścić w 1 dm³ wody na gorąco. Po ostudzeniu odsączyć nierozpuszczalną część chlorku ołowiawego, całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
- i/ Oranż metylowy; roztwór wodny 0,1 - procentowy
- j/ Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminocteroosowego /EDTA/, mianowany roztwór 0,025 M; 9,306 g EDTA wysuszonego uprzednio w 80°C w czasie 1 godz. rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ uzupełnić do kreski wodą i dobrze wymieszać.
- k/ Urotropina, roztwór wodny 4-procentowy
- l/ Oranż ksylenolowy; 1 część oranżu ksylenowego dobrze wymieszać z 100 częściami chlorku sodowego rozcierając oba składniki w moździerzu.

3. Wykonanie oznaczania. Próbkę odważyć w zależności od procentowej zawartości fluoru jak podano poniżej

Instytut Metalurgii Żelaza

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr 23/77 z dnia 15.12.1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1.07.1978 r.

| Zawartość F % | Odważka żuźla g | Dodatek SiO ₂ g |
|-------------------------|--------------------|-------------------------------|
| do 10,00 | 0,5 | 1,5 |
| powyżej 10,0 do 60,0 | 0,25 | 1,0 |

Odważoną próbkę żuźla umieścić w tyglu platynowym, dodać dwutlenku krzemowego, 10 g węglanu sodowo-potasowego i całość dobrze wymieszać szklanym pręcikiem.

Tygiel nakryć przykrywką i próbkę stapiać na palniku Meckersa najpierw ostrożnie, a następnie przez około 10 min w temperaturze 900°C aż do uzyskania jednolitego stopu. Po ostygnięciu stop wyługować w 150 cm³ wody w zlewce pojemności 250 cm³, zbrylone części rozgnieść pręcikiem, a następnie całość gotować słabo przez około 20 min. Po ostudzeniu nierozpuszczalną pozostałość przesączyć przez średni sączek z miazgą, zbierając przesącz do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³. Osad przemyć kilkakrotnie 1 procentowym roztworem węglanu sodowego, zawartość kolby ostudzić, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Z przesączu odebrać pipetą 100 cm³ roztworu do zlewki pojemności 600 cm³, dodać kilka kropli oranżu metylowego, a następnie dodać kroplami roztwór kwasu azotowego /1+1/ do przejścia barwy wskaźnika w różowoczerwoną, potem dodać kroplami roztwór amoniaku /1+3/ do przejścia barwy w żółtą i ostatecznie znów kroplami roztworu kwasu azotowego /1+3/ do uzyskania pierwszej zmiany barwy odczynnika na różową, pH roztworu winno wynosić wtedy około 4,1 - 4,6.

Następnie dodać 30 cm³ 5-procentowego roztworu chlorku sodowego, całość ogrzać do około 50°C i silnie mieszając dodać dokładnie z biurety 150 cm³ nasyconego roztworu chlorku ołowiawego. Roztwór pozostawić przez 3 godz. do całkowitego wydzielenia osadu, od czasu do czasu mieszając.

Roztwór wraz z osadem przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać i przesączyć przez średni sączek z miazgą do suchej zlewki, Z przesączu odebrać 100 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, dodać szczyptę wskaźnika oranżu ksylenolowego i miareczkować 0,025 M roztworem EDTA do pierwszej zauważalnej zmiany barwy. Wtedy dodać około 10 cm³ /odmierzone menzurką/ roztworu urotropiny i miareczkować dalej do zmiany barwy z fioletowej w cytrynową /V₁/.

Równoległe z badaną próbką miareczkować określoną ilość ściśle odmierzonego nasyconego roztworu chlorku ołowiawego. W tym celu należy odmierzyć biuretą dokładnie 30 cm³ nasyconego roztworu chlorku ołowiawego do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ i dalej postępować jak z próbką badaną /V/.

4. Obliczanie wyników. Zawartość fluoru /X/ w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V - V_1}{m} \cdot f \cdot 100$$

w którym:

V - objętość 0,025 M roztworu EDTA zużyta na zmiareczkowanie 30 cm³ nasyconego roztworu chlorku ołowiawego, cm³

V₁ - objętość 0,025 M roztworu EDTA zużyta podczas miareczkowania próbki badanej, cm³

f - ilość fluoru odpowiadająca 1 cm³ 0,025 M roztworu EDTA wyznaczona empirycznie na podstawie analizy żużła rafinacyjnego wzorcowego, fluorku wapniowego lub fluorku sodowego wysokiej czystości, g.

m - odważka próbki odpowiadająca pobranej do miareczkowania części roztworu, g.

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości fluoru:

| | |
|-------------------------|----------|
| powyżej 1,00 do 5,00 % | - 0,20 % |
| powyżej 5,00 do 15,00 % | - 0,30 % |
| powyżej 15,0 do 30,00 % | - 0,45 % |
| powyżej 30,0 do 50,00 % | - 0,55 % |

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE DO BN-77/0602-20/03

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice, ul.K.Miarki 12/14
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/0602-20. Zmieniono układ normy dostosowując go do układu norm arkuszowych. Wprowadzono nową metodę oznaczania F całk. zamiast CaF wynikającą z odpowiedniego przeliczenia otrzymanej różnicy CaO całkowitego i CaO rozpuszczonego w kwasie octowym.
3. Autor projektu normy - inż. Teresa Capała, doc.dr inż.J.Jurczyk, mgr Krystyna Szeja.