

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87/0602-56.04
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, oddzielenie krzemionki i dotopienie pozostałości. Wytrącenie żelaza, glinu, ewentualnie tytanu i chromu w postaci zasadowych benzoesanów w środowisku o pH = 4,3. Oznaczanie kompleksometryczne wapnia w przesączu wobec fluoreksonu przy pH około 14 i magnezu wobec czerni eriochromowej przy pH około 10.

2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas solny /1,18/ i roztwory 1+1, 1+3, 1+10.
 - b/ Kwas azotowy /1,40/.
 - c/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwór 1+1.
 - d/ Kwas fluorowodorowy /1,13/.
 - e/ Kwas octowy lodowaty.
 - f/ Amoniak /0,91/, roztwór 1+1.
 - g/ Pirosiarczan potasowy, stały.
 - h/ Benzoesan amonowy, roztwór 10% m/V.
 - i/ Roztwór do przemywania: 200 cm³ 10-procentowego roztworu benzoesanu amonowego wlać do 500 cm³ wody i zakwaszyć kwasem octowym do pH 4,0 - 4,5 /sprawdzić papierkiem uniwersalnym/.
 - j/ Dwuetylodwutiotkarbaminian sodowy, stały.
 - k/ Chloroform.
 - l/ Wodorotlenek potasowy, roztwór o c = 5 mol/dm³.
 - m/ Roztwór buforowy: 54 g chlorku amonowego rozpuścić w 350 cm³ amoniaku, przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.
 - n/ Wskaźnik mieszany: 1g fluoreksonu, 1g tymoloftaleiny oraz 100 g chlorku potasowego rozetrzeć dokładnie w moździerzu i wymieszać.
 - o/ Wskaźnik czerń eriochromowa T: 0,25g czerni eriochromowej T lub 0,25 g czerwieni metylowej utrzeć z 100 g chlorku sodowego w moździerzu i dobrze wymieszać.
 - p/ Sól sodowa kwasu etylenodwuaminoczworoocowego EDTA, roztwór mianowany o c = 0,02 mol/dm³ : 7,4428 g EDTA wysuszonego uprzednio w temperaturze 80°C w ciągu 1 h rozpuścić w niewielkiej ilości wody. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, kolbę uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
- Sprawdzenie molarności roztworu EDTA. Odważyć 2,0018 g węglanu wapniowego i umieścić w zlewce pojemności 250 cm³. Dodać około 20 cm³ wody i kroplami roztworu kwasu solnego /1+1/, ogrzewając do całkowitego rozpuszczenia się osadu. Roztwór gotować w ciągu 3-4 min. ostudzić przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu wzorcowego odmierzyć biuretą 50 cm³ i przenieść do wysokiej zlewki pojemności 600 cm³, dodać 50 cm³ wody, 20 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego, około 0,1g wskaźnika mieszanego i miareczkować roztworem EDTA do zaniku zielonej fluorescencji. Stosunek stężeń /f/ roztworu EDTA i roztworu wapnia obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{50,0}{V} \quad //$$

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA
Ustanowiona Zarządzeniem Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza Nr 2/87 z dnia 1987.01.07
jako norma obowiązująca od dnia 1988.01.01

w którym:

V - objętość roztworu EDTA zużytego do zmiareczkowania 50 cm³ wzorcowego roztworu wapnia, cm³.

3. Wykonanie oznaczania. Odważkę 0,5 g próbki umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą i rozpuszczać umiarkowanie ogrzewając w mieszaninie kwasów 20 cm³ kwasu solnego i 10 cm³ kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu próbkę odparować do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 20 cm³ kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do około 100 cm³, zagotować i nierozpuszczoną pozostałość przesączyć przez średni sączek z masą sączkową, zbierając przesącz do wysokiej zlewki pojemności 800 cm³. Osad na sączku przemyć 3-4 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/ i 2 razy gorącą wodą /przesącz I/. Sączek wraz z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w piecu muflowym w temperaturze 900°C. Po ostudzeniu zawartość tygla zwilżyć kilkoma kroplami wody, dodać 10 kropli roztworu kwasu siarkowego /1+1/ oraz 5-10 cm³ kwasu fluorowodorowego i odparować do sucha.

Pozostałość w tyglu wyprażyć w temperaturze 800°C i po ostudzeniu stopić z 3 g pirosiarczanu potasowego. Stop wylugować na gorąco w 25 cm³ roztworu kwasu solnego /1+3/ i roztwór połączyć ilościowo z przesączem I. Objętość roztworu powinna wynosić około 400 cm³. Do tak przygotowanego roztworu dodać kroplami roztwór amoniaku, aż do powstania pierwszego zmętnienia, które z kolei należy usunąć przez dodanie kroplami roztworu kwasu solnego /1+1/.

Następnie dodać mieszając 2 g chlorku amonowego, 3 cm³ kwasu octowego lodowatego, 20 cm³ roztworu benzoesu amonowego, po czym doprowadzić roztwór do wartości pH 4,0+4,5, posługując się roztworem kwasu solnego /1+1/, lub roztworem amoniaku oraz uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym. Roztwór ogrzać do wrzenia, gotować w ciągu 5 min i pozostawić przez 10+15 min w ciepłym miejscu /80°C/.

Po opadnięciu osadu, unikając zbytniego ochłodzenia, roztwór przesączyć przez sączek średniej gęstości, przemywając zlewkę, a następnie osad na sączku 4-5 razy gorącym roztworem do przemywania. Przesącz zbierać do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, po ostudzeniu uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

a/ Oznaczanie zawartości wapnia.

Z przesączu po oddzieleniu benzoesanów odebrać pipetą 100 cm³ roztworu do rozdzielacza pojemności 500 cm³, doprowadzić roztwór do wartości pH 7+8 za pomocą roztworu amoniaku, dodać 50 cm³ chloroformu, około 0,1 g dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i silnie wstrząsać.

Po rozdzieleniu się warstw usunąć warstwę chloroformową, dodać powtórnie dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i chloroformu, prowadząc ekstrakcję dotąd, aż warstwa chloroformowa będzie zupełnie bezbarwna.

Roztwory chloroformowe odrzucić, a fazę wodną przenieść do zlewki pojemności 800°C, rozdzielacz dobrze spłukać wodą, dodać do roztworu 20 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego, około 0,1 g wskaźnika mieszanego i miareczkować roztworem EDTA do zaniku zielonej fluorescencji. Miareczkowanie przeprowadzać przy pH 14, w przypadku stwierdzenia niższej wartości dodać roztworu wodorotlenku potasowego.

b/ Oznaczanie zawartości magnezu.

Z przesączu po oddzieleniu benzoesanów odebrać 100 cm³ roztworu do rozdzielacza pojemności 500 cm³, doprowadzić roztwór do wartości pH 7+8 przy pomocy roztworu amoniaku, dodać 50 cm³ chloroformu, około 0,1 g dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i silnie wstrząsać. Po rozdzieleniu się warstw usunąć warstwę chloroformową, dodać powtórnie dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i chloroformu powtarzając ekstrakcję dotąd, aż warstwa chloroformowa będzie zupełnie bezbarwna.

Roztwory chloroformowe odrzucić, a fazę wodną przenieść do zlewki pojemności 800 cm³, rozdzielacz dobrze spłukać wodą, dodać 20 cm³ roztworu buforowego, około 0,1 g wskaźnika czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem EDTA do zmiany barwy z czerwono-fioletowej na zieloną.

Miareczkowanie przeprowadzać przy pH około 10. W przypadku stwierdzenia niższej wartości pH należy zwiększyć dodatek roztworu buforowego.

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

$$X_1 = \frac{V \cdot f \cdot 0,0011216}{m} \cdot 100 \quad /2/$$

w którym:

V - objętość roztworu EDTA zużytego podczas miareczkowania wapnia, cm³

0,0011216 - ilość tlenu wapniowego odpowiadająca 1 cm³ roztworu EDTA o c = 0,02 mol/dm³, g/cm³

f - mnożnik korekcyjny do miana roztworu EDTA,

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

Zawartość tlenu magnezowego /X₂/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V) \cdot f \cdot 0,0008064}{m} \cdot 100 \quad /3/$$

w którym:

V - objętość roztworu EDTA zużytego podczas miareczkowania tlenu wapniowego, cm³,

V₁ - objętość roztworu EDTA zużytego podczas miareczkowania sumy wapnia i magnezu, cm³,

0,0008064 - ilość tlenu magnezowego odpowiadająca 1 cm³ roztworu EDTA o c = 0,02 mol/dm³, g/cm³,

f - mnożnik korekcyjny do miana roztworu EDTA,

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

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać wartości podanych w tabl. 1 i 2.

Tablica 1

Zawartość CaO, %	Dopuszczalna różnica, %
od 1,0 do 5,0	0,20
powyżej 5,0 do 10,0	0,30
powyżej 10,0 do 20,0	0,50

Tablica 2

Zawartość MgO, %	Dopuszczalna różnica, %
od 0,10 do 0,50	0,05
powyżej 0,50 do 1,00	0,15
powyżej 1,00 do 5,00	0,25

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.04

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice

2. Autorzy projektu normy - inż. Teresa Capała, mgr inż. Krystyna Szeja - IMŻ