

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87/0602-56.05
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości glinu	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów.

Oddzielenie części nierozpuszczalnych i dotopienie. Związanie żelaza w kompleks z kwasem tioglikolowym i wydzielenie osadu zasadowego benzoesu glinu. Rozpuszczenie osadu, związanie glinu EDTA w związek kompleksowy. Odmiarczkowanie nadmiaru EDTA roztworem siarczanu cynkowego wobec oranżu ksylenolowego jako wskaźnika.

Uwolnienie EDTA przez związanie glinu w fluoroglinian sodowy i zmiareczkowanie uwolnionego EDTA mianowanym roztworem siarczanu cynkowego.

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/ Kwas tioglikolowy, roztwór 90% V/V.

g/ Amoniak /0,91/, roztwór 1+1.

h/ Pirosiarczan potasowy, stały.

i/ Chlorek amonowy, stały.

j/ Benzoesan amonowy, roztwór 10% m/V.

k/ Fluorek sodowy, roztwór nasycony.

l/ Roztwór buforowy o pH 6: do 500 cm<sup>3</sup> wody dodać 250 g octanu amonowego i tyle kwasu octowego lub smoniaku, aby pH wyniosło 6 /sprawdzić na pehametrze/.

m/ Roztwór do przemywania: 200 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu benzoesu amonowego wlać do 500 cm<sup>3</sup> wody i zakwasić kwasem octowym do pH = 4,0+4,5 /sprawdzić papierkiem uniwersalnym/.

n/ Fenoloftaleina, roztwór 0,1% m/V w 70% V/V alkoholu etylowego.

o/ Oranż ksylenolowy: 1 część oranżu ksylenolowego dobrze wymieszać z 100 częściami chlorku potasowego, rozcierając oba składniki w moździerzu porcelanowym.

p/ Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminocteroocetowego EDTA roztwór o c = 0,025 mol/dm<sup>3</sup>: 9,306 g EDTA wysuszonego uprzednio w temperaturze 80°C w ciągu 1 h rozpuścić w niewielkiej ilości wody, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

r/ Siarczan cynkowy, roztwór o c = 0,025 mol/dm<sup>3</sup>: 7,188 g siarczanu cynkowego /ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O/ rozpuścić w niewielkiej ilości wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Sprawdzenie molarności roztworu. Odmierzyć dokładnie biuretą 40,0 cm<sup>3</sup> roztworu EDTA do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm<sup>3</sup>, dodać parę kropel roztworu fenoloftaleiny i zobojętnić roztworem amoniaku do słabo różowego

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona Zarządzeniem Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza Nr 2/87 z dnia 1987.01.07  
jako norma obowiązująca od dnia 1987.01.01

zabarwienia, po czym dodać kroplami ostrożnie roztworu kwasu solnego /1+1/ do zaniku zabarwienia i jeszcze 2-3 krople w nadmiarze /roztwór powinien mieć wartość pH=6, sprawdzić papierkiem uniwersalnym/.

Do tak przygotowanego roztworu dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego, szczyptę oranżu ksylenolowego i miareczkować roztworem siarczanu cynkowego do wystąpienia zmiany zabarwienia z żółtej na czerwono-fioletową. Jeżeli po dodaniu wskaźnika roztwór nie jest żółty, ale przybiera zabarwienie o odcieniu czerwono-fioletowym, należy dodać jeszcze parę kropli roztworu kwasu solnego /1+1/, aż do chwili uzyskania wyraźnego żółtego zabarwienia, kontrolując równocześnie wartość pH /pH 6,0/ i dopiero wtedy miareczkować. Stosunek stężeń /f/ roztworów EDTA i roztworu siarczanu cynkowego obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{40,0}{V} \quad /1/$$

w którym:

40,0 - objętość roztworu wersenianu dwusodowego o c = 0,025 mol/dm<sup>3</sup>, cm<sup>3</sup>

V - objętość roztworu siarczanu cynkowego użytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>

**3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 1 g próbki umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>, zwilżyć wodą i rozpuszczać, ogrzewając umiarkowanie, w mieszaninie kwasów: 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i po rozpuszczeniu próbkę odparować do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, rozcieńczyć do około 100 cm<sup>3</sup> wodą, zagotować i przesączyć przez sączek średni z masą sączkową, zbierając przesącz do wysokiej zlewki pojemności 600 cm<sup>3</sup>. Osad na sączku przemyć 3-4 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/ i 2 razy gorącą wodą /przesącz I/.

Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w piecu muflowym w temperaturze około 900°C. Po ostudzeniu zawartość tygla zwilżyć kilkoma kroplami wody, dodać 10 kropli roztworu kwasu siarkowego /1+1/ oraz 10 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego /1+3/ i roztwór dołączyć do przesącza I. Do połączonych przesącza, których objętość powinna wynosić 150+200 cm<sup>3</sup>, dodać roztwór amoniaku, aż do powstania pierwszego zmętnienia, które z kolei należy usunąć przez dodanie roztworu kwasu solnego /1+1/. Następnie dodać mieszając 2 g chlorku amonowego, 3 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu tioglikolowego. Dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu benzoesu amonowego /wypadający częściowo kwas benzoesowy przejdzie po podgrzaniu roztworu próbki z powrotem do roztworu/, po czym doprowadzić roztwór do wartości pH 4,0+4,5 posługując się roztworem kwasu solnego /1+1/ lub roztworem amoniaku i uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym.

Roztwór ogrzać do wrzenia, gotować umiarkowanie w ciągu 5 min i pozostawić przez 10+15 min w ciepłym miejscu /80°C/.

Po opadnięciu osadu, unikając zbyt szybkiego ochłodzenia, roztwór przesączyć przez średni sączek, przemywając zlewkę, a następnie osad na sączku 4-5 razy gorącym roztworem do przemywania; przesącz odrzucić. Osad z sączka splukać wodą do zlewki, w której przeprowadzano wytrącanie glinu, a resztki osadu na sączku rozpuścić w około 15 cm<sup>3</sup> gorącego roztworu kwasu solnego /1+1/, przemywając następnie sączek 4-5 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/. Zebrany w zlewce roztwór, którego objętość powinna wynosić około 150 cm<sup>3</sup>, ogrzać do temperatury 40+50°C, dodać 50 cm<sup>3</sup> roztworu EDTA parę kropli roztworu fenoloftaleiny i zobojętnić roztworem amoniaku, aż do słabo różowego zabarwienia. Następnie dodać ostrożnie kroplami roztwór kwasu solnego /1+1/, aż do zaniku zabarwienia wskaźnika i dodać jeszcze 2-3 krople w nadmiarze, roztwór powinien mieć wtedy wartość pH 6,0 /sprawdzić uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym/.

Do tak przygotowanego roztworu dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego, ogrzać do wrzenia i gotować w ciągu 2 min. Roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej, dodać szczyptę oranżu ksylenolowego i odmiareczkować nadmiar EDTA roztworem siarczanu cynkowego do zmiany zabarwienia z żółtego na czerwono-fioletowe.

Jeżeli po dodaniu oranżu ksylenolowego roztwór nie jest żółty, ale przybiera zabarwienie o odcieniu czerwono-fioletowym, należy dodać jeszcze parę kropli roztworu kwasu solnego /1+1/.

aż do uzyskania wyraźnego żółtego zabarwienia. Następnie dodać 30 cm<sup>3</sup> roztworu fluorku sodowego i ponownie gotować w ciągu 2 min, roztwór znów przybiera zabarwienie żółte. Po ochłodzeniu miareczkować mianowanym roztworem siarczanu cynkowego. W punkcie końcowym miareczkowania następuje zmiana barwy wskaźnika z żółtej na czerwono-fioletową.

4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość tlenku glinowego /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot f \cdot 0,001275}{m} \cdot 100 \quad /2/$$

w którym:

V - objętość mianowanego roztworu siarczanu cynkowego użytego podczas drugiego miareczkowania, cm<sup>3</sup>

0,001275 - ilość tlenku glinowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> o c = 0,025 mol/dm<sup>3</sup> roztworu siarczanu cynkowego, g/cm<sup>3</sup>

f - mnożnik korekcyjny

m - odważka próbki, g

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać wartości podanych w tabelicy

Zawartość Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	Dopuszczalna różnica, %
od 1,0 do 2,0	0,10
powyżej 2,0 do 5,0	0,20
powyżej 5,0 do 10,0	0,30

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.05

1. Instytucja opracowująca normę: Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice

2. Autorzy projektu normy: inż. Teresa Capalla, mgr inż. Krystyna Szeja - IM2