

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87/0602-56.06
	Analiza chemiczna pyłu wielkopiecowego Oznaczanie zawartości krzemionki	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki, dotopienie nierozpuszczalnej pozostałości, wydzielanie kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem nadchlorowym, wyprażenie, zważenie osadu dwutlenku krzemu oraz oznaczenie w nim zanieczyszczeń.

2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas azotowy /1,40/.
- b/ Kwas solny /1,18/ i roztwory 1+1 i 1+10.
- c/ Kwas nadchlorowy /1,54/.
- d/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwór 1+1.
- e/ Kwas fluorowodorowy /1,13/.
- f/ Rodanek amonowy, roztwór 5% m/v.
- g/ Węglan sodowy, bezwodny.

3. Wykonanie oznaczania. Odważkę 1 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm<sup>3</sup>, zwilżyć wodą i rozpuścić, ogrzewając, w mieszaninie 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego. Wygotować tlenki azotu, rozcieńczyć gorącą wodą do 100 cm<sup>3</sup> i odsączyć nierozpuszczalną pozostałość /przesącz I/.

Osad na sączku przemyć gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/, następnie gorącą wodą, wysuszyć, spalić i wyprażyć w tyglu platynowym w temperaturze 800°C. Pozostałość stopić z 3 g węglanu sodowego, stop wylugować w wodzie, następnie zakwasić roztworem kwasu solnego /1+1/ i dołączyć do przesączu I. Do połączonych roztworów dodać 30 cm<sup>3</sup> kwasu nadchlorowego, odparować do pojawienia się białych par i dalej ogrzewać w ciągu 15+20 min tak, aby kwas nadchlorowy kondensował się na szkiełku zegarkowym. Po ostudzeniu dodać do zlewki około 100 cm<sup>3</sup> gorącej wody, całość wymieszać i zagotować w celu rozpuszczenia soli. Osad odsączyć przez średni sączek z dodatkiem miazgi z bibuły do sączenia. Sączek z osadem przemyć kilkakrotnie gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/, aż do zaniku reakcji na jon żelazowy /próba kroplowa z roztworem rodanku amonowego/ i w końcu trzykrotnie gorącą wodą.

Przesącz i roztwory z przemywania osadu przenieść do uprzednio używanej zlewki, dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i ponownie odparować do pojawienia się par kwasu nadchlorowego w sposób opisany wyżej. Po ostudzeniu rozpuścić sole w 100 cm<sup>3</sup> gorącej wody, całość zagotować, odsączyć wytrącony osad i przemyć tak jak opisano wyżej.

Obydwa sączki z osadami umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w temperaturze 1000+1100°C do stałej masy. Tygiel z osadem ostudzić w eksykatorze i zważyć /masa m<sub>1</sub>/.

Osad zwilżyć kilkoma kroplami wody, dodać 0,5+1,5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego /1+1/, 20 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i zawartość tygla odparować do sucha. Tygiel z zanieczyszczeniami wyprażyć w temperaturze 1000+1100°C do stałej masy, ostudzić w eksykatorze i zważyć /masa m<sub>2</sub>/.

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

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

$m_1$  - masa tygla i osadu krzemionki z sanieczyszczeniem, g,

$m_2$  - masa tygla i sanieczyszczeń, g,

$m$  - masa odważki próbki, g.

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

Zawartość krzemionki, %	Dopuszczalna różnica, %
od 5 do 10	0,15
powyżej 10 do 20.	0,20

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.06

1. Instytucja opracowująca normę: Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice

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