

<b>HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH</b>	<b>N O R M A   B R A N Ż O W A</b>	<b>BN-86</b>
	<b>Analiza chemiczna rud i odpadów cynkowo-ołowiowych</b>	<b>0818-01/07</b>
	<b>Oznaczanie zawartości krzemionki</b>	
		Grupa katalogowa 0139

**1. Zasady oznaczania** — rozpuszczenie próbki w kwasach i stopienie pozostałości z topnikiem; wydzielenie z połączonych roztworów kwasu krzemowego w obecności żelatyny, wyprażenie osadu, odpędzenie krzemionki z kwasem fluorowodorowym i obliczenie jej zawartości z różnicy mas.

**2. Odczynniki i roztwory**

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory: 1+1, 1+3 i 1+100.
- b) Kwas azotowy (1,4).
- c) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- d) Kwas fluorowodorowy (1,13).
- e) Węglan sodowo-potasowy bezwodny.
- f) Żelatyna, roztwór 1%(m/V).
- g) Chloran potasowy.

**3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 0,5 ÷ 5,0 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm<sup>3</sup>, zwilżyć wodą i dodać 10 ÷ 30 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, przykryć szkiełkiem zegarkowym i lekko ogrzewać. Po 15 min dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, przykryć ponownie szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać próbkę aż do pojaśnienia nierozpuszczalnej pozostałości. W przypadku gdyby osad pozostał nadal ciemny, dodać jeszcze 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i 0,5 g chloranu potasowego. Po rozłożeniu próbki odparować zawartość zlewki prawie do sucha na umiarkowanie ogrzanej płycie, po czym dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i odparować do sucha. Czynność tę powtórzyć jeszcze raz, po czym dodać 50 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+3) i ogrzać do wrzenia. Gorący roztwór przesączyć przez twardy sączek i przemyć najpierw roztworem kwasu solnego (1+100), a potem gorącą wodą do zaniku reakcji na żelazo (przesącz A). Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym i po ostrożnym spalaniu wyprażyć. Pozostałość w tyglu zmieszać z 3 ÷ 5 g węglanu sodowo-potasowego i stopić. Stop wyługować w 100 ÷ 150 cm<sup>3</sup> gorącego roz-

tworu kwasu solnego (1+1). Roztwór ten połączyć z przesączem A i odparować do wilgotnego osadu, dodać 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ponownie odparować. Do pozostałości dodać 50 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+1), zagotować do rozpuszczenia soli i po ochłodzeniu do temperatury 60°C dodawać małymi porcjami 10 cm<sup>3</sup> roztworu żelatyny, wymieszać szklanym przecikiem i odstawić na 1 h. Całość przesączyć przez średni sączek. Osad przemyć gorącym roztworem kwasu solnego (1+100) i w końcu gorącą wodą. Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w temperaturze 1000 ÷ 1100°C przez 1 h. Po ostudzeniu w ekzykatorze tygiel z osadem zważyć (*m*<sub>1</sub>). Wyprażony osad zwilżyć 3 ÷ 5 kroplami roztworu kwasu siarkowego (1+1), dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i odparować do odpędzenia par kwasu siarkowego. Tygiel z suchą pozostałością wyprażyć w temperaturze 1100°C przez 15 min i po ostudzeniu w ekzykatorze ponownie zważyć (*m*<sub>2</sub>).

**4. Obliczanie wyników.** Zawartość krzemionki (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- m*<sub>1</sub> — masa tygla z osadem krzemionki, g,
- m*<sub>2</sub> — masa tygla po odpędzeniu krzemionki, g,
- m* — odważka próbki, g.

**5. Dopuszczalne różnice** między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości krzemionki:

- od 0,5 do 2,00% — 0,10%,
- powyżej 2,00 do 5,00% — 0,20%,
- powyżej 5,00 do 10,00% — 0,25%,
- powyżej 10,00 do 15,00% — 0,30%,
- powyżej 15,00 do 30,00% — 0,50%.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 9 grudnia 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1987, poz. 10)

**INFORMACJE DODATKOWE**

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.
2. Dotychczas obowiązujące normy — ZN-72/MPC-MN-02832 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1987 r.
3. Autorzy projektu normy — mgr K. Zdybiewska i mgr M. Wójcik — Zakłady Górniczo-Hutnicze, ORZEŁ BIAŁY.