

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi Oznaczanie zawartości krzemionki	0828-08 Arkusz 06
		Grupa katalogowa III 59

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, dotopienie części nierozpuszczalnych z mieszaniną węglanu sodowo-potasowego i czteroboranu sodowego, wydzielenie kwasu krzemowego żelatyną i wagowe oznaczenie po odpędzeniu krzemionki w postaci fluoru krzemowego-SiF₄.

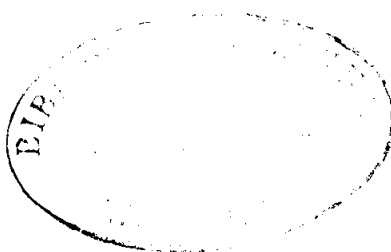
2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,4).
- b) Kwas solny (1,18) i roztwory: 1+1, 1+99.
- c) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- d) Mieszanina węglanu sodowo-potasowego i czteroboranu sodowego (1+3).
- e) Kwas fluorowodorowy (1,13).

f) Żelatyna, roztwór 1-procentowy: 1 g żelatyny umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać około 30 ± 40 cm³ wody i pozostawić na 1 h w temperaturze pokojowej, mieszając od czasu do czasu. Umieścić zlewkę na łaźni wodnej o temperaturze 60 ± 70°C, ogrzewać do rozpuszczenia żelatyny, rozcieńczyć wodą do objętości 100 cm³, dodać 0,1 g chlorku rtęciowego i wymieszać (dodatek chlorku rtęciowego zapobiega starzeniu się żelatyny).

3. Wykonanie oznaczania. 0,5 g żużla szybowego lub 1 g pyłu szybowego lub żużla konwertorowego umieścić w zlewce teflonowej lub szklanej pojemności 400 cm³, zwilżyć wodą (2 ± 5 cm³), dodać 20 cm³ kwasu solnego (1,18) i ogrzewać przez 15 min na płycie pokrytej azbestem. Dodać 10 cm³ kwasu azotowego i ogrzewać pod przykryciem do wydzielenia tlenków azotu. Zdjąć szkiełko zegarkowe, opłukać wodą i roztwór odparować do sucha. Do suchej pozostałości dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,18) i roztwór odparować do

sucha, powtarzając tę czynność dwukrotnie. Następnie dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,18), 50 cm³ gorącej wody i roztwór ogrzać prawie do wrzenia. Gorący roztwór przesączyć przez sączek średniej gęstości, przemywając osad na sączku gorącym roztworem kwasu solnego (1+99) do zaniku reakcji na jony Fe³⁺ i Pb²⁺ w przesączu, a następnie gorącą wodą. Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć i spalić, a przesącz zachować. Do tygla dodać 5 ± 10 g mieszaniny węglanu sodowo-potasowego i czteroboranu sodowego i stopić w temperaturze około 1000°C do uzyskania klarownego stopu. Ochłodzony tygiel umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ zawierającej około 70 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1). Po rozpuszczeniu stopu wyjąć tygiel z roztworu, opłukać go małą ilością wody i do otrzymanego roztworu dodać przesącz. Roztwór odparować do wydzielenia soli, dodać 15±20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+2) i stale mieszając dodać 4 cm³ roztworu żelatyny. Po upływie 1 ± 2 min wprowadzić jeszcze 4 cm³ żelatyny, roztwór zamieszać i odstawić na 15 ± 20 min w temperaturze pokojowej, mieszając kilkakrotnie. Następnie dodać 40 ± 50 cm³ gorącej wody o temperaturze około 70°C, roztwór zamieszać i po upływie 10 ± 20 min przesączyć przez twardy sączek, przemywając osad kwasu krzemowego gorącym roztworem kwasu solnego (1+99), a następnie gorącą wodą. Sączek wraz z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wypażyć w temperaturze 1100°C w ciągu 1 h. Po ochłodzeniu tygla osad zwilżyć 0,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego i po odparowaniu na łaźni płaskowej do sucha ponownie wypażyć w temperaturze 1100°C. Ochłodzony tygiel w eksykatorze zważyć i powtórzyć proces (około 10 min) do uzyskania stałej masy. Wypażony osad



Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
 Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górnictwo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
 dnia 21 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 15 1978 poz. 57)

zwilżyć 3 ÷ 5 kroplami roztworu kwasu siarkowego, dodać 10 ÷ 15 cm³ kwasu fluorowodorowego i ogrzewać do wydzielenia się par kwasu siarkowego. Tygiel wraz z suchą pozostałością wyprażyć w temperaturze 1100°C w ciągu 15 min, ochłodzić w eksykatorze i zważyć. Przesącz po oddzieleniu krzemionki oraz pozostałość w tyglu platynowym po odpędzeniu krzemionki z kwasem fluorowodorowym zachować do oznaczania tlenku wapniowego i magnezowego (arkusz 08).

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

$$X = \frac{b - c}{m} \cdot 100$$

w którym:

- b - masa tygla z osadem krzemionki, g,
- c - masa tygla po odpędzeniu krzemionki, g,
- m - masa próbki, g.

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

- od 10 do 20,0% - 0,20%,
- powyżej 20,0% - 0,30%.

KONIEC