

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78 <hr/> 0828-08 Arkusz 08
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi Oznaczanie zawartości tlenku wapniowego i magnezowego	
	Grupa katalogowa III 59	

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, odpędzenie odsączonej krzemionki w postaci fluorku krzemowego - SiF_4 , dotopienie pozostałości z węglanem sodowo-potasowym, oddzielenie kationów przeszkadzających w postaci dwuetylodwutiokarbaminianów z roztworu o pH 5,5 ÷ 6,0 w obecności urotropiny i kompleksometryczne oznaczanie wapnia oraz sumy wapnia i magnezu za pomocą EDTA, odpowiednio wobec fluoreksonu z tymoloftaleiną i czerni eriochromowej T.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory: 1+1, 5+95.
- b) Kwas azotowy (1,14).
- c) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.
- e) Węglan sodowo-potasowy, bezwodny.
- f) Wodorotlenek potasowy, roztwór 20-procentowy, świeżo przygotowany.
- g) Urotropina, roztwór 30-procentowy.
- h) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy, roztwór 10-procentowy.
- i) Trójetanoloamina, roztwór 1+3.
- j) Cyjanek potasowy.
- k) Mieszanina fluoreksonu z tymoloftaleiną: 0,20 g fluoreksonu i 0,12 g tymoloftaleiny rozetrzeć z 20 g azotanu potasowego.

l) Czerni eriochromowa T, mieszanina z azotanem potasowym w stosunku 0,5 ÷ 100.

m) Roztwór buforowy o pH 10: 54 g chlorku amonowego rozpuścić w około 200 cm^3 wody, dodać 350 cm^3 roztworu amoniaku (0,91) i rozcieńczyć wodą do objętości 1 dm^3 .

n) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminoczwernooctowego (EDTA), roztwór 0,025M: 9,31 g EDTA rozpuścić w około 400 cm^3 wody, roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Nastawienie miana roztworu EDTA: do 3 kolb stożkowych pojemności 300 cm^3 odważyć po 0,0500 g miedzi, dodać 5 ÷ 6 cm^3 kwasu azotowego (1,4), podgrzać do rozpuszczenia metalu i następnie odparować roztwór do wilgotnej po-

zostałości. Po oziębieniu kolby dodać około 50 cm^3 wody, ogrzać do rozpuszczenia soli, roztwór oziębć, rozcieńczyć 100 cm^3 wody, zobojętnić roztworem amoniaku (1+1) do przejścia jonów miedziowych w kompleks amoniakalny (pH = 8), unikając nadmiaru roztworu amoniaku. Dodać około 0,2 g mieszaniny mureksydu z azotanem potasowym w stosunku 1:100 i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy roztworu z żółtozielonej na purpurowofioletową. Miano roztworu EDTA wyrażone w gramach miedzi na 1 cm^3 obliczyć według wzoru

$$M_1 = \frac{m}{V} \quad (1)$$

w którym:

m - masa miedzi, g,

V - objętość roztworu EDTA zużytego do miareczkowania, cm^3 .

Miano roztworu EDTA wyrażone w gramach tlenku wapniowego (CaO) na 1 cm^3 obliczyć według wzoru

$$M_2 = \frac{56,08 \cdot M_1}{63,54} \quad (2)$$

w którym:

56,08 - ciężar cząsteczkowy tlenku wapniowego,

63,54 - ciężar atomowy miedzi,

M_1 - miano roztworu EDTA wyrażone w gramach miedzi na 1 cm^3 .

Miano roztworu EDTA wyrażone w gramach tlenku magnezowego (MgO) na 1 cm^3 obliczyć według wzoru

$$M_3 = \frac{40,32 \cdot M_1}{63,54} \quad (3)$$

w którym:

40,32 - ciężar cząsteczkowy tlenku magnezowego,

63,54 - ciężar atomowy miedzi,

M_1 - miano roztworu EDTA wyrażone w gramach miedzi na 1 cm^3 .

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
 Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-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. 67)

3. Wykonanie oznaczania. 0,5 g żuźla szybowego lub 1 g pyłu szybowego lub 2 g żuźla konwertorowego umieścić w zlewce teflonowej lub szklanej pojemności 150 cm³, zwilżyć wodą, dodać 20 cm³ kwasu solnego (1,18), 10 cm³ kwasu azotowego, zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do całkowitego wydzielenia tlenków azotu. Następnie o-
 płukać szkiełko zegarkowe wodą i roztwór odparować do sucha. Do suchej, oziębionej pozostałości dodać około 15 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), 50 cm³ gorącej wody i roztwór ogrzać do wrzenia. Gorący roztwór przesączyć przez sączek średniej gęstości zbierając przesącz do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, a osad przemyć na sączku gorącym roztworem kwasu solnego (5+95) i gorącą wodą. Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym wysuszyć, spalić, zwilżyć wodą i dodać 5 ÷ 10 cm³ roztworu kwasu fluorowodorowego oraz 5 ÷ 6 kropli roztworu kwasu siarkowego. Roztwór odparować do wydzielenia bezwodnika kwasu siarkowego. Następnie tygiel oziębić, o-
 płukać ścianki tygla wodą i roztwór odparować do sucha. Pozostałość w tyglu stopić z 5 ÷ 6 g węglanu sodowo-potasowego. Tygiel po oziębieniu stopu umieścić w zlewce, w której prowadzono rozpuszczanie próbki i dodać około 40 cm³ gorącego roztworu kwasu solnego (1+1). Po całkowitym wyługowaniu stopu otrzymany roztwór połączyć z głównym przesączem w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm³.

W przypadku oznaczania tlenku wapniowego i magnezowego, po oznaczeniu krzemionki zgodnie z ark. 06 p. 3, pozostałość w tyglu platynowym po odpędzeniu krzemionki stopić z około 5 g węglanu sodowo-potasowego, stop wyługować w około 40 cm³ gorącego roztworu kwasu solnego (1+1) i roztwór połączyć z głównym przesączem w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm³. Do roztworu w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm³ dodać kroplami roztworu wodorotlenku potasowego do pojawienia się osadu wodorotlenków, który następnie rozpuścić w roztworze kwasu solnego (1+1), dozowanego kroplami. Roztwór ogrzać do temperatury około 70°C, dodać 20 cm³ roztworu urotropiny i pozostawić roztwór w temperaturze około 70°C przez 20 min. Następnie stale mieszając, dodać kroplami 20 cm³ roztworu dwuetylodwu tiokarbaminianu sodowego i pozostawić roztwór w temperaturze około 70°C przez 20 ÷ 30 min. Jeżeli odczynnik strącający – dwuetylodwu tiokarbaminian sodowy – był dodany w odpowiedniej ilości, to po upływie 20 ÷ 30 min osad jest skoagulowany, a roztwór nad nim klarowny. Ilościowe wytrącanie należy sprawdzić przez dodanie kilku kropli odczynnika strącającego. W przypadku nieilościowego wydzielenia osadu dodać następną porcję odczynnika. Roztwór oziębić, uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i przesączyć część roztworu przez suchy sączek do suchej zlewki pojemności 250 cm³.

a) Oznaczanie zawartości tlenku wapniowego. 100 cm³ roztworu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 5 cm³ roztworu trójetanoloaminy, roztwór zamieszać, dodać 20 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego, 50 ÷ 100 mg cyjanku potasowego, mieszaniny fluoreksonu z ty-moloftaleiną do uzyskania zielonej fluorescencji roztworu i miareczkować mianowanym roztworem EDTA do zmiany barwy roztworu na fioletową.

b) Oznaczanie zawartości tlenku magnezowego. 100 cm³ roztworu umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 5 cm³ roztworu trójetanoloaminy, 20 cm³ roztworu buforowego, 50 ÷ 100 mg cyjanku potasowego oraz czerni eriochromowej T do wyraźnego różowego zabarwienia roztworu i miareczkować mianowanym roztworem EDTA do zmiany barwy na granatową.

4. Obliczanie wyników

a) Zawartość tlenku wapniowego (X_1) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot M_2 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

V_1 – objętość roztworu EDTA zużytego do miareczkowania wapnia, cm³,

M_2 – miano roztworu EDTA wyrażone w gramach tlenku wapniowego na 1 cm³ roztworu,

m – masa próbki odpowiadająca pobranej części roztworu do miareczkowania, g.

b) Zawartość tlenku magnezowego (X_2) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot M_3 \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

V_2 – objętość roztworu EDTA zużytego do miareczkowania sumy wapnia i magnezu, cm³,

V_1 – objętość roztworu EDTA zużytego do miareczkowania wapnia, cm³,

M_3 – miano roztworu EDTA wyrażone w gramach tlenku magnezowego na 1 cm³ roztworu,

m – masa próbki odpowiadająca pobranej części roztworu do miareczkowania, g.

7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartościach tlenków wapniowego i magnezowego

	CaO	MgO
od 0,5 do 2,0%	0,15%	0,15%
powyżej 2,0 do 5,0%	0,20%	0,25%
powyżej 5,0 do 10,0%	0,25%	0,30%
powyżej 10,0 do 20,0%	0,40%	-