

MATERIAŁY BUDOWLANE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Skalne surowce mineralne	6710-03/31
	Metody badań	
	Oznaczanie zawartości tlenków: potasowego i sodowego (K_2O i Na_2O)	Grupa katalogowa 0710

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy jest oznaczanie zawartości tlenków: potasowego i sodowego (K_2O i Na_2O).

2. Zakres stosowania i postanowienia ogólne — wg BN-86/6710-03/01 z wyłączeniem surowców węglanowych.

3. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na fotoelektrycznym pomiarze natężenia promieniowania emitowanego przez atomy potasu i sodu wzbudzone w płomieniu palnika acetylenowo-powietrznego.

4. Przyrządy

a) Suszarka elektryczna umożliwiająca utrzymanie temperatury $105 \pm 110^\circ C$.

b) Fotometr płomieniowy z pełnym wyposażeniem.

c) Waga analityczna o dokładności ważenia do 0,0002 g.

d) Parowniczkę platynową.

e) Szczypce metalowe z platynowymi nasadkami.

5. Odczynniki

a) Kwas fluorowodorowy 40%(m/m).

b) Kwas siarkowy, roztwór 1+1.

c) Kwas solny, roztwór 10%(m/m).

d) Roztwór wzorcowy potasu 0,1%(m/m) w stosunku do zawartości tlenu potasowego. Odważyć 0,7919 g chlorku potasowego wysuszonego w temperaturze $105 \pm 110^\circ C$ do stałej masy, rozpuścić w wodzie, przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać. Roztwór przechowywać w szczelnym naczyniu polietylenowym lub ze szkła odpornego chemicznie, wylugowanego wodą.

e) Roztwór wzorcowy sodu 0,1%(m/m) w stosunku do zawartości tlenu sodowego. Odważyć 0,9429 g chlorku sodowego wysuszonego w temperaturze $105 \pm 110^\circ C$ do stałej masy, rozpuścić w wodzie, przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, dopełnić do kreski wodą, dokładnie wymieszać. Roztwór przechowywać w szczelnym naczyniu polietylenowym lub ze szkła odpornego chemicznie, wylugowanego wodą.

6. Przygotowanie krzywych wzorcowych. Do kolb pomiarowych pojemności 100 ml ze szkła chemicznie odpornego, wylugowanego wodą, odmierzyć z biurety odpowiednio ilości roztworów wzorcowych potasu i sodu

przygotowanych zgodnie z 5d) i 5e) tak, aby stężenie potasu i sodu w przeliczeniu na tlenek potasowy i tlenek sodowy wynosiło od 0,001 do 0,015 g/100 ml, a zmieniało się w każdej następnej kolbie o 0,002 g/100 ml. Do każdej kolby dodać 10 ml kwasu solnego i dopełnić do kreski wodą. Roztwory wymieszać. Przed wykonaniem pomiarów ustalić optymalne warunki robocze fotometru płomieniowego, tj. odpowiednie ciśnienie powietrza i acetyleny. Rozpylać przez 10 min roztwór chlorku sodowego o średnim stężeniu przy ustalonej przesłonie, stosując filtr dla sodu. Przemyc rozpylacz wodą, ustalić zero na skali galwanometru przy użyciu wody. Wykonać pomiary dla serii roztworów wzorcowych sodu z coraz większą zawartością i rejestrować odpowiadające im wskazania galwanometru. Zmienić filtr na filtr dla potasu i w analogiczny sposób wykonać pomiary dla serii roztworów wzorcowych potasu. Wykreślić krzywe wzorcowe odkładając na osi rzędnych wartość stężenia potasu i sodu w przeliczeniu na tlenek potasowy i tlenek sodowy w g/100 ml roztworu, a na osi odciętych — wskazania galwanometru w jednostkach skali.

7. Wykonanie oznaczania. W parownicy platynowej odważyć: dla surowców skaleniowych 0,5 g, a dla surowców krzemionkowych 2,0 g próbki analitycznej przygotowanej zgodnie z BN-86/6710-03/02, wysuszyć i sprawdzić stałą masę wg PN-81/C-01055. Odważyć ostrożnie zwilżyć roztworem kwasu siarkowego, dodać 15 ml kwasu fluorowodorowego, odparować na łaźni piskowej często mieszając, do pojawienia się białych dymów trójtlenku siarki. Parownicę ochłodzić, dodać 10 ml kwasu fluorowodorowego, odparować na łaźni piskowej do wydzielania się obfitych dymów trójtlenku siarki, a następnie ochłodzić, opłukać ścianki parownicy strumieniem wody i dalej odparować na łaźni piskowej do sucha. Parownicę z pozostałością ostrożnie ogrzewać nad płomieniem palnika do zaprzestania wydzielania się dymów trójtlenku siarki. Po ochłodzeniu zalać 10 ml roztworu kwasu solnego, parowniczkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i łagodnie ogrzewać do wrzenia. Po ochłodzeniu klarowny roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Kruszyw Budowlanych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Techniki Budowlanej w Warszawie dnia 9 września 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1986 poz. 30)

ze szkła chemicznie odpornego, wylugowanego wodą. Jeżeli roztwór jest mętny, należy go przesączyć przez gęsty sączek, przemyć, uzupełnić roztwór w kolbie do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Przygotowany w ten sposób roztwór służy do oznaczania zawartości tlenu sodowego w surowcach skaleniowych i krzemionkowych i zawartości tlenu potasowego w surowcach krzemionkowych. W przypadku oznaczania tlenu potasowego w surowcach skaleniowych, z kolby pomiarowej należy pobrać pipetą 10 ÷ 20 ml roztworu kwasu solnego do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Przygotowane roztwory wprowadzić do rozpylacza fotometru płomieniowego, przy ustalonych warunkach pomiaru, jak dla przygotowania krzywych wzorcowych wg p. 5 i odczytać wychylenie galwanometru. Na krzywych wzorcowych odczytać wartości tlenu potasowego i tlenu sodowego w próbce. Równolegle wykonać ślełą próbę, która zawiera wszystkie odczynniki, poza badaną próbką oraz obejmuje wszystkie czynności związane z przygotowaniem roztworu do oznaczania. Wynik ślepej próby należy uwzględnić przy odczytywaniu wartości tlenu potasowego i tlenu sodowego z krzywych wzorcowych. Przed wykonaniem każdej serii pomiarów do oznaczania zawartości tlenu potasowego i sodowego należy sprawdzić krzywe wzorcowe dla potasu i dla sodu, przynajmniej na podstawie trzech roztworów.

8. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu potasowego (X_1) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — wartość tlenu potasowego odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej do oznaczania części roztworu, g.

Zawartość tlenu sodowego (X_2) obliczyć w procentach (m/m) wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_2}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_2 — wartość tlenu sodowego odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki, g.

9. Różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać — przy zawartości tlenu potasowego lub tlenu sodowego:

do 0,5%(m/m) — 0,03%(m/m),

od 0,5 do 1%(m/m) — 0,05%(m/m),

od 1 do 3%(m/m) — 0,10%(m/m),

powyżej 3%(m/m) — 0,20%(m/m).

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Kruszyw Budowlanych, Warszawa.

2. Normy związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań
BN-86/6710-03/01 Skalne surowce mineralne. Metody badań. Zakres normy i postanowienia ogólne

BN-86/6710-03/02 Skalne surowce mineralne. Metody badań. Pobieranie i przygotowanie próbek

3. Autor projektu normy — inż. Zyta Charkiewicz — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Kruszyw Budowlanych.