

KRUSZYWA I WYPEŁNIACZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-82
	Popioły lotne i żużle z kółtów opalanych węglem kamiennym i brunatnym	6722-10.03
	Badania chemiczne	
	Oznaczanie zawartości żelaza dwuwartościowego jako tlenku żelazawego	Grupa katalogowa 0717

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest badanie popiołów lotnych i żużli z kółtów opalanych węglem kamiennym i brunatnym, obejmujące oznaczanie zawartości żelaza dwuwartościowego jako tlenku żelazawego metodą miareczkową chromanometryczną.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na rozpuszczeniu próbek popiołu lotnego lub żelaza w kwasie solnym i fluorowodorowym w obojętnej atmosferze dwutlenku węgla i miareczkowaniu jonów żelaza dwuwartościowego roztworem dwuchromianu potasowego wobec dwufenyloaminy jako wskaźnika.

2.2. Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolba teflonowa stożkowa, pojemności 300 cm³.
- Mieszadło magnetyczne laboratoryjne (typ MM4).
- Nasadka Contat-Göckela wg nr 170-Z/78, lp. 3079 katalogu szkła.
- Suszarka laboratoryjna z termoregulacją, umożliwiającą utrzymanie temperatury 160 ± 10 °C.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Dwuchromian potasowy (K₂Cr₂O₇) cz.d.a., roztwór 0,1 N: w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ rozpuścić w wodzie 4,9035 g dwuchromianu potasowego wysuszonego w suszarce wg 2.2d) w temperaturze 160 ± 10 °C do stałej masy, uzupełnić wodą do kreski dokładnie wymieszać.

Roztwór można przygotować także z odważki analitycznej.

- Dwufenyloamina (C₆H₅)₂NH, wskaźnik, roztwór: 1 g dwufenyloaminy rozpuścić w 100 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) lub w 100 cm³ kwasu ortofosforowego cz.d.a. (1,7).

- Kwas fluorowodorowy, cz.d.a. (1,12).

- Kwas solny cz.d.a. (1,19).

- Mieszanina kwasów: 150 cm³ kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) wlać ostrożnie do 300 cm³ wody, a po ochłodzeniu dodać 150 cm³ kwasu fosforowego cz.d.a. (1,7), następnie całość dobrze wymieszać.

- Węglan sodowy bezwodny cz. lub kwaśny węglan sodowy cz. oraz roztwór 10-procentowy.

2.4. Przygotowanie próbki analitycznej — wg BN-82/6722.10.00 p. 2.1.

2.5. Wykonanie oznaczania. W zależności od przewidywanej zawartości żelaza dwuwartościowego należy odważyć do kolby wg 2.2a) odpowiednie ilości próbki przygotowanej wg 2.4, z dokładnością do 0,0002 g:

— w przypadku zawartości poniżej 3 % — 1 g próbki,

— w przypadku zawartości od 3 % do 15 % — 0,5 g próbki,

— w przypadku zawartości powyżej 15 % — 0,25 g próbki.

Następnie próbkę zwilżyć kilkoma kroplami wody i dodać kolejno około 2 g węglanu sodowego wg 2.3f), 60 cm³ kwasu solnego wg 2.3d) i 2 ÷ 4 cm³ kwasu fluorowodorowego wg 2.3c).

Szybko nałożyć nasadkę Contat-Göckela wg 2.2c). Nasadkę napęłnić uprzednio roztworem węglanu sodowego wg 2.3f) co najmniej do połowy objętości.

Zawartość kolby ogrzewać na łaźni wodnej przez 0,5 h, następnie ochłodzić do temperatury pokojowej i szybko przelać ilościowo, przemywając niewielką ilością wody (10 ÷ 15 cm³) do zlewki pojemności 400 cm³ zawierającej około 100 cm³ wody i 30 cm³ mieszaniny kwasów wg 2.3e) oraz około 2 ÷ 4 kropli wskaźnika wg 2.3b).

W przypadku obecności zawiesiny węgla zawartość kolby należy przesączyć ilościowo przez miękki sączek. Natychmiast miareczkować roztworem dwuchromianu potasowego wg 2.3a) do przejścia zielonego zabarwienia w niebieskofioletowe.

Podczas miareczkowania korzystać z mieszadła magnetycznego wg 2.2b).

Równocześnie z oznaczaniem zawartości związków żelaza dwuwartościowego w badanej próbce należy przeprowadzić ślepą próbę w taki sam sposób, lecz bez odważki popiołu lotnego lub żużla.

2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość żelaza dwuwartościowego (X) jako FeO obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,7184 (V - V_1)}{m}$$

Zgłoszona przez Instytut Energetyki
Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 25 marca 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1982 poz. 25)

w którym:

V — objętość 0,1N roztworu dwuchromianu potasowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm^3 ,

V_1 — objętość 0,1N roztworu dwuchromianu potasowego zużytego do zmiareczkowania roztworu ślepej próby, cm^3 ,

m — odważka próbki, g.

0,007184 — ilość g tlenku żelazawego odpowiadająca 1 cm^3 0,1N roztworu dwuchromianu potasowego, g/cm^3 .

2.7. Dopuszczalne różnice między wynikami oznaczeń.

Największa różnica między wynikami równoległych

oznaczeń wykonanych w tym samym laboratorium, z tej samej próbki popiołu lotnego lub żużla nie powinna przekraczać 0,3 % bezwzględnego.

Największa różnica między wynikami końcowymi oznaczeń wykonanych w różnych laboratoriach, z tej samej próbki popiołu lotnego lub żużla nie powinna przekraczać 0,5 % bezwzględnego.

2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z 2.7, zaokrągloną do 0,1.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Energetyki, W-wa

2. Normy związane

BN-82/6722-10.00 Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Badania chemiczne. Postanowienia ogólne

3. Normy zagraniczne

Bułgaria BDS 1937-69 Cementi, Metodi za chimicheski analiz — no ma niezgodna.

4. Autorzy projektu normy — mgr Irena Kempaska, Norbert Szczyrba — Przedsiębiorstwo Zagospodarowania Odpadów Elektrownianych, Katowice.