

CHEMICKÝ ROZBOR

OCELÁŘSKÉ STRUSKY

část 5: Stanovení oxidu vápenatého

ve vzorcích neobsahujících fluor

ČSN 72 2041-5

Chemical analysis of steel-making slag. Determination of calcium oxide content in samples free of fluorine

Analyse chimique du laitier. Dosage de la chaux dans les étalons sans fluor

Chemische Analyse von Stahlschlacke. Bestimmung von Kalziumoxid in fluorfreien Proben

Tato norma určuje komplexometrickou titrační metodu pro stanovení oxidu vápenatého. Při provádění rozboru musí být dodrženy všeobecné požadavky stanovené v ČSN 72 2041-1.

1 Podstata metody

Z alikvotního podílu zásobního roztoku po oddělení kyseliny křemičité a chrómu, připraveného podle ČSN 72 2041-2 se vyloučí hydroxidy železa, hliníku a titanu srážením hexamethylentetraminem a sraženina se odfiltruje. Z filtrátu se oddělí mangan a stopy dalších kovů extrakcí ve formě komplexů s diethyldithiokarbaminanem sodným (kupralem) do chloroformu. Ve zbývající vodné fázi se stanoví vápník titrací odměrným roztokem di-Na-EDTA na směsný indikátor fluorexon-thymolftalein.

2 Činidla a roztoky

- 2.1 Kyselina chlorovodíková, $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$, roztok (1 + 1).
- 2.2 Hydroxid sodný, roztok 30 % (m/m). Uchovává se v polyethylenové nádobě.
- 2.3 Hydroxid draselný, roztok 28 % (m/m). Uchovává se v polyethylenové nádobě.
- 2.4 Hexamethylentetramin (urotropin), roztoky 250 g/dm^3 a 5 g/dm^3 . Uchovávají se v polyethylenových nádobách.
- 2.5 Chloroform.
- 2.6 Diethyldithiokarbaminan sodný (kupral).
- 2.7 Manitol.
- 2.8 Indikátor: směs fluorexonu, thymolftaleinu a chloridu draselného ve hmotnostním poměru 1: 1: 100.
- 2.9 Zinek kovový, minimálně 99,99 % (m/m).
- 2.10 Disodná sůl kyseliny ethylendiaminotetraoctové (di-Na-EDTA), odměrný roztok

$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,050 \text{ mol/dm}^3$: 18,612 g di-Na-EDTA se rozpustí ve vodě, roztok se převede do odměrné baňky na 1000 cm³, doplní se vodou po značku a promíchá se. Skutečná molární koncentrace odměrného roztoku se stanoví na kovový zinek. Uvádí se na pět desetinných míst.

3 Provedení analýzy

Ze zásobního roztoku po stanovení oxidu křemičitého, připraveného podle ČSN 72 2041-2 se odpipetuje podíl 100,0 cm³ do kádinky na 400 cm³. Zahřeje se na teplotu 50 až 60 °C a pak se za míchání neutralizuje roztokem hydroxidu draselného (nebo v případě, že zásobní roztok obsahuje kyselinu chloristou, roztokem hydroxidu sodného), přidávaným po kapkách do vytvoření prvního stálého zákalu, který se pak rozpustí přidávkem právě potřebného množství roztoku kyseliny chlorovodíkové. Přidá se 20 cm³ roztoku hexamethylentetraminu 250 g/dm³, krátce se povaří, vyloučená sraženina se ihned odfiltruje filtrem střední hustoty a důkladně se promyje roztokem hexamethylentetraminu 5 g/dm³. Filtrát se jímá do kádinky na 600 cm³.

Federální úřad pro normalizaci a měření

30874