

## CHEMICKÝ ROZBOR

### OCELÁŘSKÉ STRUSKY

#### Část 6: Stanovení oxidu hořečnatého

ve vzorcích neobsahujících fluor

ČSN 72 2041-6

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

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

Chemische Analyse von Stahlschlacke. Bestimmung von Magnesiumoxid in fluorfreien Proben

Tato norma určuje komplexometrickou titrační metodu pro stanovení oxidu hořečnatého. 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 chromu, připraveného podle ČSN 72 2041-2, se vyloučí hydroxidy železa, hliníku a titanu srážením hexamethylentetraminem a straženina 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 titruje suma oxidu vápenatého a oxidu hořečnatého odměrným roztokem di-Na-EDTA v alkalickém prostředí na eriochromčern T jako indikátor.

Spotřeba činidla odpovídající oxidu hořečnatému se určí z rozdílu celkové spotřeby titračního činidla na titraci sumy oxidu vápenatého a oxidu hořečnatého a spotřeby na komplexometrické stanovení oxidu vápenatého ve druhém alikvotním podílu roztoku.

#### 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  $250 \text{ g/dm}^3$  a  $5 \text{ g/dm}^3$ . Uchovávají se v polyethylenových nádobách.
- 2.5 Chloroform.
- 2.6 Diethyldithiokarbaminan sodný (kupral).
- 2.7 Indikátor: směs eriochromčerni T s chloridem sodným ve hmotnostním poměru 1: 100.
- 2.8 Amoniakální tlumivý roztok: 54,0 g chloridu amonného se rozpustí ve vodě, přidá se  $350 \text{ cm}^3$

amoniaku,  $\rho = 0,91 \text{ g/cm}^3$ , roztok se doplní vodou na  $1000 \text{ cm}^3$  a promíchá se.

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  $1000 \text{ cm}^3$ , doplní se vodou po značku a promíchá se. Skutečná molární koncentrace odměrného roztoku se stanoví na kovový zinek. Uvádí se na pět desetinných míst.

Federální úřad pro normalizaci a měření

30875