

HUTNICTWÓ ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-77/0602-20 Arkusz 04
	Analiza chemiczna żużli rafinacyjnych. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI ŻELAZA.	Zamiast BN-71/0602-20
		Gr.kat.III 09

1. Zasada oznaczania. Wytworzenie barwnego związku kompleksowego żelaza dwuwartościowego z o-fenantroliną przy pH 4-5. Pomiar intensywności zabarwienia roztworu przy długości fali 510 nm.

2. Aparatura. Obiektywny fotometr z wyposażeniem.

3. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas siarkowy /1,83/,

b/ Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy,

c/ Kwas solny /1,18/,

d/ Węglan sodowo-potasowy, bezwodny,

e/ Chlorowoderek hydroksyloaminy, roztwór 1-procentowy,

f/ Octan amonowy, roztwór 20-procentowy,

g/ o-Fenantrolina, roztwór 0,1-procentowy

h/ Amoniak /0,91/, roztwór 1+10,

i/ Wzorcowe roztwory żelaza:

Roztwór A. 0,1430 g tlenku żelazowego rozpuścić ogrzewając w kwasie solnym. Po ostudzeniu rozcieńczyć roztwór wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ . 1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg żelaza.

Roztwór B. 200 cm³ roztworu A rozcieńczyć wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ . 1 cm³ roztworu B zawiera 0,02 mg żelaza.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 6 zlewek pojemności 150 cm³ odmierzyć mikrobiuretą kolejno: 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu B, co odpowiada 0,04; 0,08; 0,12; 0,16 i 0,20 mg żelaza. Do roztworów dodać po 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, a po upływie 10 min, po 5 cm³ roztworu octanu amonowego i po 20 cm³ roztworu o-fenantroliny. W razie potrzeby dodać kroplami amoniak względnie kwas solny przy ciągłym mieszaniu tak, aby ustalić pH roztworów równe 4-5. Po upływie 20 min przelać roztwory do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać i zmierzyć intensywność zabarwienia roztworów względem roztworu nie zawierającego żelaza.

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr. 23..... z dnia 15.XII.1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1.07.1978 r.

Do pomiaru stosować filtr świetlny o maksimum przepuszczalności przy długości fali 510 nm i kuwety o odpowiedniej grubości warstwy. Wykreślić krzywą wzorcową w oparciu o średnie wartości absorpcji uzyskanych przez trzykrotne zabarwienie roztworów i dokonanie pomiarów.

5. Wykonanie oznaczenia. 0,5 g żuźla umieścić w parownicy platynowej, zwilżyć kilku kroplami wody i dodać 2 cm³ kwasu siarkowego. Ogrzewać zawartość parownicy aż do pojawienia się gęstych par kwasu siarkowego.

Zawartość parownicy ostudzić, dodać 5 cm³ kwasu fluorowodorowego i odparować. Czynność tę powtórzyć jeszcze raz. Spłukać wodą ścianki parownicy, dodać kilka kropli kwasu siarkowego i odparować do sucha. Suchą pozostałość stopić z 5 g bezwodnego węgla sodowo-potasowego i stop wylugować gorącą wodą. Roztwór przenieść do zlewki pojemności 250 cm³, zobojętnić kwasem solnym i dodać 5 cm³ tego kwasu z nadmiarze. Roztwór zagotować, przelać do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, ostudzić dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Odsączyć część roztworu i w zależności od zawartości żelaza w badanej próbce żuźla, pobrać pipetą 10-50 cm³ roztworu i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Do roztworu dodać 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i postępować dalej wg 4. Jako roztworu porównawczego użyć wody.

Jednocześnie z analizą badanej próbki należy wykonać ślepa próbę przeprowadzając ją przez wszystkie stadia analizy. Pomiar absorpcji roztworu otrzymanego przy ślepej próbie wykonać również w porównaniu z wodą. Wartość absorpcji ślepej próby odjąć od wartości próbki badanej.

6. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza /X/ w procentach obliczyć wg wzoru:

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym: m_1 - masa żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, g,
 m - odważka próbki w zabarwionej części roztworu, g,

7. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać - przy zawartości żelaza:

od 0,1 % - 0,02 %,
 powyżej 0,1 do 0,5% - 0,03 %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE DO BN-77/0602-20/04

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice, ul.K.Miarki 12/14
2. Istotne różnice w stosunku do BN-71/0602-20. Zmieniono układ normy dostosowując go do układu norm arkuszowych, wyodrębniając dotychczasową fotometryczną metodę analizy chemicznej oznaczania Fe w oddzielny arkusz normy /Ark.04/.
3. Autor projektu normy - inż.Teresa Capała, doc.dr inż.J.Jurczyk, mgr Krystyna Szeja.