

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-77/0602-20 Arkusz 05
	Analiza chemiczna żużli rafinacyjnych. <u>OZNACZANIE ZAWARTOŚCI MANGANU.</u>	zamiast BN-71/0602-20
		Gr.kat.III 09

1. Zasada oznaczania. Utlenienie manganu zawartego w roztworze próbki nadsiarczanem amonowym w obecności azotanu srebra i fotometryczny pomiar intensywności zabarwienia roztworu.

2. Aparatura i przyrządy. Fotometr lub spektrofotometr z pełnym wyposażeniem.

3. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1,18/

b/ Kwas siarkowy /1,83/

c/ Kwas azotowy /1,40/, roztwór 1 + 1

d/ Azotan srebra, roztwór 1-procentowy

e/ Nadsiarczan amonowy, roztwór 20-procentowy, świeżo przygotowany

f/ Azotyn potasowy, roztwór 5 - procentowy

g/ Nadtlenek wodoru, roztwór 20-procentowy

h/ Mocznik, roztwór 5-procentowy

i/ Roztwór wzorcowy manganu: 0,5754 g nadmanganianu potasowego rozpuścić w 300 cm³ wody, roztwór zakwaszyć 10 cm³ kwasu siarkowego /1,83/ i odbarwić za pomocą roztworu nadtlenku wodoru.

Wygotować nadmiar nadtlenku wodoru ostudzić, przelać do kolby pomiarowej o pojemności 1 dm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,2 mg Mn.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 5 kolb stożkowych pojemności 300 cm³ odmierz kolejno: 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0cm³ wzorcowego roztworu manganu, co odpowiada 0,0; 0,10; 0,30; 0,50; 0,70 % Mn przy naważce 0,2 g próbki, dodać po 10 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/, 50 cm³ wody i postępować dalej wg 5, od momentu dodania roztworu azotanu srebra.

Przy pomiarze zabarwienia stosować kufkę o grubości warstwy 2 cm, Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartość absorpcji, a na osi odciętych odpowiadające im zawartości manganu w procentach.

5. Wykonanie oznaczania. 0,8 g próbki żużla umieścić w parownicy platynowej, zwilżyć małą ilością wody, dodać 10 cm³ kwasu solnego /1,18/ i ogrzewać umiarkowanie

Instytut Metalurgii Żelaza

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr 23/77 z dnia 15.12.1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1.07.1978 r.

do momentu odparowania połowy kwasu solnego. Do ochłodzonego roztworu wlać 10 cm³ kwasu siarkowego /1,83/ odparować do pojawienia się gęstych białych par, ochłodzić, wlać 5 cm³ wody i odparować powtórnie do pojawienia się białych par i znowu ochłodzić. Dodać 40 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/, ogrzać prawie do wrzenia, dodać 50 cm³ gorącej wody, przelać wraz z ewentualnym osadem do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, po ochłodzeniu dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Przesączyć część roztworu przez suchy sączek, odmierzyć 50 cm³ do kolby stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 10 cm³ wody, a następnie 10 cm³ roztworu azotanu srebra i 10 cm³ roztworu nadsiarczuanu amonowego.

Zawartość kolby ogrzać i od momentu pojawienia się wiśniowego zabarwienia gotować przez 2 min.

Kolbę ochłodzić, przelać roztwór do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ do której wiano uprzednio 5 cm³ roztworu mocznika, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

W celu przygotowania roztworu porównawczego odmierzyć 50 cm³ roztworu zabarwionego dodać 1-3 krople roztworu azotynu potasowego i energicznie wymieszać aż do zaniku różowego zabarwienia. Absorbpcję zabarwienia roztworu zmierzyć w stosunku do porównawczego, stosując filtr świetlny o maksymalnej przepuszczalności światła przy długości fali 530 nm, stosując kuwetę o grubości warstwy 2 cm.

6. Obliczanie wyników. Zawartość manganu w procentach odczytać z krzywej wzorcowej.

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

do 0,30 % - 0,03 %,
powyżej 0,30 do 0,80 % - 0,04 %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE DO BN-77/0602-20/05

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice, ul.K.Miarki 12/14
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/0602-20. Zmieniono układ normy dostosowując go do układu norm arkuszowych, wyodrębniając dotychczasową fotometryczną metodę analizy chemicznej oznaczania Mn w oddzielny arkusz normy /Ark.05/.
3. Autor projektu normy: Inż.Teresa Capała, doc.dr inż.J.Jurczyk, mgr Krystyna Szeja.