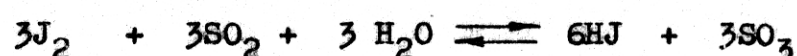
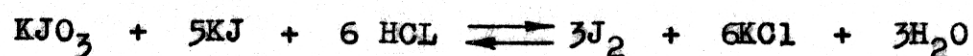


HUTNICTWÓ ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-77/0602-20 Arkusz 06
	Analiza chemiczna żużli rafinacyjnych. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SIARKI.	zamiast BN-71/0602-20
		Gr.kat.III 09

1. Zasada oznaczania. Wydzielający się w czasie spalania próbki dwutlenek siarki przepuszcza się przez roztwór jodku potasowego i kwasu solnego z dodatkiem skrobi jako indykatozem i miareczkuje roztworem jodanu potasowego. Jodan potasowy w obecności kwasu solnego i jodku potasowego rozkłada się z wydzieleniem jodu. Obecny w roztworze jod utlenia wydzielający się w czasie spalania dwutlenek siarki do trójtlenku.



2. Aparatura. Aparatura zgodna z PN-73/H-04015. Dopuszczalne są małe odchyłki.

3. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1,18/, roztwór 1+1

b/ Cyna chemicznie czysta w postaci drobnych wiórków

c/ Roztwór jodanu: 0,3568 g jodanu potasowego rozpuścić w 500 cm³ wody.

Następnie dodać 2 g jodku potasowego, 0,4 g wodorotlenku potasowego i po rozpuszczeniu dopełnić roztwór wodą do 2 dm³.

Roztwór przechowywać w butli z ciemnego szkła.

Miano roztworu wyrażone w gramach siarki na 1 cm³ roztworu ustalić, spalając wzorową próbkę żużla o znanej zawartości siarki i o składzie chemicznym najbardziej zbliżonym do próbki badanej postępując wg 4.

Miano roztworu jodanu obliczyć wg wzoru:

$$K = \frac{m}{V}$$

w którym: m - masa siarki zawarta w odważce wzorcowej próbki, g,

V - objętość roztworu jodanu, zużytego do miareczkowania, cm³

d/ Roztwór jodku potasowego: 0,3 g skrobi rozpuścić w małej ilości gorącej wody, po czym dodać 0,3 g wodorotlenku potasowego 4-5 g jodku potasowego i rozcieńczyć do 1 dm³ wodą.

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 1.7.1978r.

4. Wykonanie oznaczania. Próbkę odważyć w zależności od zawartości siarki jak poniżej

Zawartość siarki, %	Odważka próbki, g
powyżej 0,005 do 0,010	2
powyżej 0,010 do 0,020	1
powyżej 0,020 do 0,040	0,5
powyżej 0,040	0,1

Odważkę próbki umieścić w porcelanowej łódeczce, posypać 0,5 g wiórków cyny, w której zawartość siarki należy uprzednio ustalić wykonując ślepią próbę i przenieść do środkowej części rury do spalań w piecu Mars'a.

Próbkę ogrzać bez dopływu tlenu w temperaturze spalania w ciągu 0,5 - 1 min a następnie spalić, przepuszczając przez rurę strumień osuszonego tlenu z szybkością 4 pęcherzyków na sekundę. Oczyszczony gaz wychodzący z rury do spalań wprowadzić do naczynia do miareczkowania i wykonać miareczkowanie z roztworem jodanu.

Przed przystąpieniem do miareczkowania próbki naczynko do miareczkowania /"tulipan"/ przemyć wodą, po czym wlać 50 cm³ roztworu jodku potasowego i 2 cm³ roztworu kwasu solnego. Następnie przepuścić tlen przez piec Mars'a i naczynko absorpcyjne i dodać roztworu jodanu potasowego aż do trwałego słabo niebieskiego zabarwienia roztworu.

W czasie spalania dopuszczać roztwór jodanu w mikrobiurety ustawionej nad naczyniem, wolniej lub szybciej w miarę zanikania zabarwienia, tak aby roztwór w naczyniu pozostawał stale zabarwiony. Dodawanie roztworu jodanu należy przerwać z chwilą, gdy zabarwienie roztworu pochłaniającego przestanie się zmieniać i będzie takie jak było na początku miareczkowania. Następnie przepuszczać tlen jeszcze w ciągu 1 min i jeżeli zabarwienie roztworu nie zmieni się, uznać miareczkowanie za skończone.

5. Obliczanie wyników. Zawartość siarki /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100$$

w którym:

m - odważka próbki, g

K - miano roztworu jodanu wyrażone w gramach siarki na 1 cm³

V - objętość roztworu jodanu zużytego do miareczkowania próbki, cm³

6. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości siarki:

powyżej 0,005 do 0,010 % - 0,001 %,

powyżej 0,010 do 0,020 % - 0,002 %,

powyżej 0,030 do 0,040 % - 0,003 %,

powyżej 0,040 %.

K O N I E C

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 S w oddzielny arkusz /Ark.06/.
3. Normy związane
PN-73/H-04015 Analiza chemiczna surowki, żeliwa i stali. Oznaczanie zawartości siarki.
4. Autor projektu normy - inż.Teresa Capała, doc.dr inż.J.Jurczyk, mgr Krystyna Szeja.