

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-87/0602-56.02
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości żelaza	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Przeprowadzenie próbki do roztworu przez rozpuszczenie w kwasie solnym. Redukcja żelaza trójwartościowego do dwuwartościowego za pomocą chlorku cynawego i miareczkowanie roztworem dwuchromianu potasowego wobec 4-dwufenyloaminosulfonianu sodowego.

2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas solny /1,18/ i roztwory 1+1, 1+3, i 1+10.
- b/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwór 1+1.
- c/ Kwas fluorowodorowy /1,13/.
- d/ Kwas borowy, roztwór nasycony.
- e/ Mieszanka kwasów: 150 cm³ kwasu siarkowego wlewać ostrożnie do 300 cm³ wody, po ochłodzeniu dodać 150 cm³ kwasu fosforowego i starannie wymieszać.
- f/ Amoniak /0,91/.
- g/ Nadtlenek wodoru, roztwór 30% /V/V/.
- h/ Pirosiarczan potasowy lub węglan sodowo - potasowy.
- i/ Fluorek amonowy, roztwór 40% /m/V/.
- j/ Rodanek amonowy, roztwór 5% /m/V/.
- k/ Chlorek cynawy, roztwór: 100 g chlorku cynawego rozpuścić w 300 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/ w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać 2 g cyny metalicznej, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
- l/ Chlorek rtęciowy, roztwór 6% m/V.
- m/ Wskaźnik 4-dwufenyloaminosulfonian sodowy, roztwór 0,2% m/V.
- n/ Dwuchromian potasowy, roztwór o c / $\frac{1}{5} K_2Cr_2O_7$ / = 0,1 mol/dm³, uprzednio przekrystalizowany i wysuszony w temperaturze 150+170°C, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu dwuchromianu potasowego o c / $\frac{1}{5} K_2Cr_2O_7$ / = 0,1 mol/dm³ odpowiada 5,585 mg żelaza.

3. Wykonanie oznaczania. Odważkę 0,5 g próbki umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą, dodać 30 cm³ kwasu solnego przykryć szkiełkiem zegarkowym i lekko ogrzewać, nie dopuszczając do wrzenia. Następnie opłukać szkiełko zegarkowe i ścianki zlewki wodą, rozcieńczyć roztwór gorącą wodą do objętości 50 cm³ i przesączyć do zlewki pojemności 600 cm³. Osad na sączku przemyć 3 - 5 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/ i 3-5 razy wodą /roztwór A/. Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w temperaturze 800°C. Dodać 6 kropel roztworu kwasu siarkowego, 5-10 cm³ kwasu fluorowodorowego i odparować do par kwasu siarkowego, a następnie wyprażyć w temperaturze 500+700°C. Pozostałość w tyglu stopić z 3 g pirosiarcznanu potasowego lub węglanu sodowo-potasowego, ochłodzić i ogrzewając rozpuścić stop w 30 cm³ roztworu kwasu solnego /1+3/ w zlewce pojemności 250 cm³ /roztwór B/. Do roztworu B dodać 5 cm³ roztworu nadtlenu wodoru, ogrzać prawie do wrzenia i wytrącić wodorotlenek żelaza, dodając kroplami amoniak aż do silnego zapachu. Roztwór z osadem zagotować, odstawić w ciepłe miejsce na 20 min w celu koagulacji i przesączyć przez

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona Zarządzeniem Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza Nr 2/87 z dnia 1987.01.07
jako norma obowiązująca od dnia 1988.01.01

miękki sączek. Osad z sączka spłukać wodą do szewki, w której prowadzono wytrącanie i prze-
myć sączek 20+30 cm³ gorącego roztworu kwasu solnego /1+1/, a następnie roztworem kwasu sol-
nego /1+10/ do zaniku reakcji na jon żelazowy /próba kroplowa z roztworem rodanku amonowego/.
Otrzymany roztwór połączyć z roztworem A i odparować, nie doprowadzając roztworu do wrzenia,
do objętości 25 - 30 cm³. Następnie do roztworu dodać 1 cm³ roztworu fluorku amonowego i do
gorącego roztworu dodawać kroplami roztwór chlorku cynowego do całkowitego odbarwienia i 1-2
krople w nadmiarze. Po ochłodzeniu dodać 5 + 10 cm³ roztworu chlorku rtęciowego i pozostawić
na 5 min /wydzielony osad powinien być jedwabistobiały, przy szarym lub czarnym osadzie ana-
lizę należy powtórzyć/.

Następnie dodać 10 cm³ roztworu kwasu borowego, 30 cm³ mieszaniny kwasów, 150 cm³ wody, 1-2
krople wskaźnika i mieszając natychmiast miareczkować roztworem dwuchromianu potasowego do
zmiany barwy z zielonej na czerwono-fioletową.

4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V_1 - V_2}{m} \cdot 0,005585 \cdot 100$$

w którym:

V₁ - objętość roztworu dwuchromianu potasowego zużytego do miareczkowania roztworu
próbki, cm³,

V₂ - objętość roztworu dwuchromianu potasowego zużytego do miareczkowania roztworu
otrzymanego przy ślepej próbie, cm³,

0,005585 - miano roztworu dwuchromianu potasowego dokładnie o c / $\frac{1}{6}$ K₂Cr₂O₇ / = 0,1 mol/
/dm³, wyrażone w gramach żelaza na 1 cm³ roztworu, g/cm³

m - odważka próbki, g.

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać wartości poda-
nych w tabelicy.

Zawartość żelaza %	Dopuszczalna różnica %
od 10 do 30	0,20
powyżej 30 do 45	0,30
powyżej 45 do 60	0,40

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.02

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice.

2. Autorzy projektu normy - inż. Teresa Capalla, mgr inż. Krystyna Szeja
Instytut Metalurgii Żelaza.