

HUTNICITWO ŻELAZA I STALI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87/0602-56.03
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości manganu	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

**1. Zasada metody.** Rozpuszczenie próbki i dotopienie nierozpuszczalnej pozostałości.  
Utlenienie manganu nadsiarczanem amonowym w obecności azotanu srebra i miareczkowanie siedmio-  
wartościowego manganu roztworem arsenino - azotynu sodowego.

**2. Odczynniki i roztwory**

a/ Kwas azotowy /1.4/, roztwór 1+1 i 1+10.

b/ Kwas ortofosforowy /1,7/.

c/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwór 1+1.

d/ Kwas fluorowodorowy, /1,13/.

e/ Pirosiarczan potasowy, stały.

f/ Nadsiarczan amonowy, roztwór 15% m/V.

g/ Azotan srebra, roztwór 0,2% m/V.

h/ Chlorek sodowy, roztwór 0,1% m/V.

i/ Mianowany roztwór arsenino - azotynu sodowego: 1,6 g trójtlenku arsenu i 6g kwaśnego  
węglanu sodowego rozpuścić lekko ogrzewając, w 200 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór ostudzić, przelać do  
kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do objętości około 500 cm<sup>3</sup>, dodać  
0,75 g azotynu sodowego, wymieszać w celu zupełnego rozpuszczenia, rozcieńczyć wodą do kreski  
i wynieść. Miano roztworu nastawić na próbkę wzorcową o znanej zawartości manganu, przepro-  
wadzając ją przez wszystkie etapy analizy.

Zawartość manganu i innych składników w próbce wzorcowej powinna być zbliżona do zawartości  
w próbce badanej.

Miano roztworu /K/ wyrażone w gramach manganu na 1 cm<sup>3</sup> roztworu obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{c \cdot m}{v \cdot 100} \quad /1/$$

w którym:

c - zawartość manganu w próbce wzorcowej, %

m - masa odważki próbki wzorcowej, g

v - objętość roztworu arsenino - azotynu sodowego zużytego do miareczkowania roztworu  
próbki wzorcowej, cm<sup>3</sup>.

**3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 0,2 g próbki umieścić w zlewce o pojemności 400 cm<sup>3</sup>,  
zwilżyć wodą i rozpuścić umiarkowanie ogrzewając, w 25 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego /1+1/.  
Nierozpuszczalną pozostałość przesączyć przez średni sączelek z miazgą z bibuły do sączenia  
i sączelek przemyć roztworem kwasu azotowego /1+10/, a następnie 2+4 razy gorącą wodą /prze-  
sącza I/. Sączelek umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w temperaturze  
800°C. Po ostudzeniu zawartość tygla zwilżyć kilkoma kroplami wody, dodać 10 kropeł roztworu  
kwasu siarkowego oraz 5 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego, odparować do sucha i wyprażyć. Pozosta-  
łość stopić z 1 g pirosiarczanu potasowego. Stop wylugować w przesączu I i przenieść roztwór  
do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do objętości około 150 cm<sup>3</sup>. Dodać 3 cm<sup>3</sup>

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

kwasy ortofosforowego, ogrzać roztwór prawie do wrzenia, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra oraz 20 cm<sup>3</sup> roztworu nadsiarczanu amonowego i gotować w ciągu 1 min. Kolbę z roztworem zdjąć z płyty i po upływie 2 min szybko ostudzić w strumieniu bieżącej wody do temperatury pokojowej. Dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku sodowego i szybko miareczkować mianowanym roztworem arsenino - azotynu sodowego. Przed dodaniem ostatniej porcji mianowanego roztworu /około 0,5 cm<sup>3</sup>/ zawartość kolby dobrze wymieszać i dalej miareczkować do zaniku różowego zabarwienia.

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

$$X = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100 \quad /2/$$

w którym:

V - objętość roztworu arsenino - azotynu sodowego zużytego podczas miareczkowania próbki, cm<sup>3</sup>,

K - miano roztworu arsenino - azotynu sodowego, wyrażone w gramach manganu na 1 cm<sup>3</sup> roztworu, g/cm<sup>3</sup>,

m - masa odważki próbki, g.

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać wartości podanych w tabelicy.

Zawartość manganu %	Dopuszczalna różnica %
od 0,1 do 0,5	0,03
powyżej 0,5 do 1,0	0,04
powyżej 1,0 do 2,5	0,07

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.03

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice

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