

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-87/0602-56.07
	Analiza chemiczna pyłu wielkopiecowego Oznaczanie zawartości fosforu	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów solnego, azotowego i nadchlorowego. Wydzielenie fosforu w postaci fosforomolibdenianu amonowego. Rozpuszczenie osadu w nadmiarze mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego i odmiareczkowanie nadmiaru wodorotlenku roztworem kwasu azotowego.

2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas solny /1,18/ i roztwór 1+1.
- b/ Kwas azotowy /1,40/ i roztwór 1+50.
- c/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwór 1+1.
- d/ Kwas nadchlorowy /1,54/.
- e/ Kwas fluorowodorowy /1,13/.
- f/ Kwas bromowodorowy /1,48/.
- g/ Amoniak /0,91/ i roztwór 1+100.
- h/ Azotan amonowy.
- i/ Azotan potasowy, roztwór 1% m/V.
- j/ Węglan sodowy, bezwodny i roztwór 2% m/V.
- k/ Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 10% m/V.

l/ Molibdenian amonowy $\text{NH}_4/6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, roztwór: 40 g molibdenianu amonowego rozpuścić w 300 cm³ wody i 80 cm³ amoniaku. Po ochłodzeniu roztwór wlać strumieniem /energicznie mieszając/ do 600 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/, dodać 5 mg kwaśnego fosforanu dwusodowego, roztwór dokładnie wymieszać i pozostawić na 48 h. Przed użyciem roztwór przesączyć.

m/ Chlorek żelazowy, roztwór: 0,3 g żelaza karbonylowego rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego, utlenić dodając kroplami kwas azotowy, zagotować w celu odpędzenia chloru, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

n/ Fenoloftaleina, roztwór 0,1% m/V w alkoholu etylowym.

o/ Woda nie zawierająca dwutlenku węgla /gotowana przez 5 min/.

p/ Wodorotlenek sodowy, roztwór o c = 0,2 mol/dm³: 8 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w wodzie po ochłodzeniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór przechowywać w naczyniu z tworzywa sztucznego. Współczynnik molarności /f₁/ ustalić w następujący sposób: 1,6337 g kwaśnego ftalanu potasowego, uprzednio wysuszonego w temperaturze 120°C przez 2 h, rozpuścić w 75 cm³ wody nie zawierającej dwutlenku węgla, w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³. Po rozpuszczeniu miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego o c = 0,2 mol/dm³ wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika. Współczynnik molarności roztworu /f₁/ obliczyć wg wzoru

$$f_1 = \frac{40,0}{V_1} \quad /1/$$

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

w którym:

40,0 - objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ odpowiadająca odważce 1,6337 g kwaśnego ftalanu potasowego, cm^3

V_1 - objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ zużyta do miareczkowania, cm^3

r/ Kwas azotowy, roztwór mianowany o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$: 13 cm^3 kwasu azotowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Współczynnik molarności f_2 ustalić w następujący sposób: 40,0 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm^3 i miareczkować roztworem kwasu azotowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ wobec fenolo-ftaleiny jako wskaźnika. Miano roztworu f_2 obliczyć wg wzoru

$$f_2 = \frac{40,0 \cdot f_1}{V_2} \quad /2/$$

w którym:

40,0 - objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ zużyta do miareczkowania, cm^3

f_1 - miano roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$

f_2 - objętość roztworu kwasu azotowego o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ zużyta na miareczkowanie 40 cm^3 roztworu wodorotlenku sodowego, o $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$, cm^3 .

3. Wykonanie oznaczania. W zależności od zawartości fosforu stosować masę odważki próbki wg tabl. 1.

Tablica 1

Zawartość fosforu, %	Masa odważki próbki, g
od 0,01 do 0,10	2
powyżej 0,10 do 0,30	1
powyżej 0,30 do 0,50	0,5

Odważkę próbki umieścić w szewce pojemności 400 cm^3 i rozpuścić w 25 cm^3 kwasu solnego w temperaturze $60 + 100^\circ\text{C}$. Następnie dodać 5 cm^3 kwasu azotowego, 15 cm^3 kwasu nadchlorowego, odparować do gęstych par kwasu nadchlorowego i utrzymywać w tym stanie przez 10 min. Po ochłodzeniu dodać 50 cm^3 wody, ogrzać do rozpuszczenia soli i przesączyć przez średni sącsek z miazgą z bibuły do sączenia zbierając przesącz do szewki pojemności 400 cm^3 . Osad na sączku przemyć 3-5 razy gorącym roztworem kwasu azotowego /1+50/, a następnie gorącą wodą /przesącz A/. Roztwór odparować /bez zagotowania/ do małej objętości. Sącsek z osadem umieścić w tyglu platynowym wysuszyć, spalić i następnie wyprażyć w temperaturze 800°C . Po ochłodzeniu osad w tyglu zwilżyć kilkoma kroplami roztworu kwasu siarkowego /1+1/, dodać 10-15 cm^3 kwasu fluorowodorowego i odparować do zaniku par kwasu siarkowego. Pozostałość w tyglu stopić z 3 g węglanu sodowego i po ochłodzeniu stop wylugować w 100 cm^3 wody w szewce pojemności 400 cm^3 . Otrzymany alkaliczny roztwór przesączyć przez średni sącsek, osad na sączku przemyć kilka razy roztworem węglanu sodowego, zbierając przesącz do szewki pojemności 400 cm^3 . Sącsek z osadem odrzucić. Alkaliczny przesącz zakwasić kwasem solnym, gotować do całkowitego odpedzenia dwutlenku węgla, dodać 10 cm^3 roztworu chlorku żelazowego, a następnie silnie mieszając dodać porcjami amoniaku do reakcji alkalicznej. Następnie roztwór zagotować i utrzymywać w stanie wrzenia przez 2 min. Wydzielony osad fosforanu żelazowego przesączyć przez średni sącsek. Przesącz odrzucić, a osad na sączku przemyć kilka razy gorącym roztworem amoniaku /1+100/. Osad na sączku rozpuścić w 10 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, sącsek przemyć kilka razy gorącą wodą, a następnie otrzymany roztwór dołączyć do przesączu A.

Połączone roztwory odparować do objętości około 30 cm³, dodać 5 cm³ kwasu bromowodorowego i odparować do pojawienia się par kwasu nadchlorowego. Po ochłodzeniu dodać 20 cm³ wody i ponownie odparować do par kwasu nadchlorowego, utrzymując próbkę w tym stanie przez 10 min. Roztwór ochłodzić, dodać 50 cm³ wody i ogrzać do rozpuszczenia soli. Roztwór przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, ochłodzić, dodać ostrożnie kroplami amoniak do pojawienia się niesnikającego osadu wodorotlenku żelazowego. Osad rozpuścić, dodając kilka kropel kwasu azotowego i 5 cm³ nadmiaru tego kwasu.

Następnie dodać 3 g azotanu amonowego, 100 cm³ wody i dokładnie mieszać do rozpuszczenia się odczynnika. W celu zredukowania wanadu pięciowartościowego do czterowartościowego dodać 5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, a następnie wytrącać fosfor, dodając 50 cm³ roztworu molibdenianu amonowego. Kolbę z wytrąconym osadem silnie wstrząsnąć przez 1 min i w celu skoagulowania osadu postawić na łaźni wodnej na 2 h w temperaturze 40+60°C. Następnie osad przesączyć przez średni sączek z miazgą z bibuły do sączenia, przemyć 3-5 razy roztworem kwasu azotowego /1+50/, a następnie roztworem azotanu potasowego do zaniku reakcji kwaśnej. Sączek z osadem przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, dodać 50 cm³ wody niezawierającej dwutlenku węgla i silnie wstrząsać do całkowitego rozbicia sączka. Następnie dodać z biurety odmierzoną objętość roztworu wodorotlenku sodowego, mieszając zawartość kolby do całkowitego rozpuszczenia żółtego osadu. Dodać kilka kropel fenoloftaleiny, rozcieńczyć wodą niezawierającą dwutlenku węgla do objętości około 100 cm³ i nadmiar wodorotlenku sodowego odmiareczkować roztworem kwasu azotowego o c = 0,2 mol/dm³ do zaniku czerwonego zabarwienia wskaźnika.

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

$$X = \frac{[V_1 \cdot f_1 - V_2 \cdot f_2] \cdot 0,0002695}{m} \cdot 100 \quad /3/$$

w którym:

- V₁ - objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużyta o c = 0,2 mol/dm³ do rozpuszczenia osadu, cm³
- V₂ - objętość roztworu kwasu azotowego o c = 0,2 mol/dm³ zużyta do odmiareczkowania nadmiaru wodorotlenku sodowego, cm³
- f₁ - miano roztworu wodorotlenku sodowego o c = 0,2 mol/dm³
- f₂ - miano roztworu kwasu azotowego o c = 0,2 mol/dm³
- 0,0002695 - masa fosforu odpowiadająca 1 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego o c = 0,2 mol/dm³, g
- m - masa odważki próbki, g

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać wartości podanych w tabl. 2.

Tablica 2

Zawartość fosforu, %	Dopuszczalne różnice, %
od 0,01 do 0,02	0,003
powyżej 0,02 do 0,05	0,005
powyżej 0,05 do 0,10	0,008
powyżej 0,10 do 0,20	0,012
powyżej 0,20 do 0,50	0,020

K O N I E C

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice.
2. Autorsy projektu normy: inż. Teresa Capalla, mgr inż. Krystyna Szeja - IMŻ