

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87/0602-56.08
	Analiza chemiczna pyłu wielkopiecowego Oznaczanie zawartości siarki	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Spalenie próbki w strumieniu tlenu w temperaturze 1350+1400°C, pochłanianie wydzielonego dwutlenku siarki w wodzie i miareczkowanie roztworem jodu.

2. Odczynniki i roztwory

a/ Roztwór do absorpcji dwutlenku siarki: do 450 cm³ wody dodać 20 cm³ 1% roztworu skrobi /świeżo przygotowanego/.

b/ Topnik: tlenek miedzi lub cyna metaliczna.

c/ Jod, roztwór: 0,7916 g jodu rozpuścić w 20 cm³ wody zawierającej 2,5 g jodku potasowego w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu jodu odpowiada około 0,0001 g siarki. Miasto roztworu sprawdzić na próbce wzorcowej o składzie zbliżonym do próbki badanej, przeprowadzonej przez wszystkie stadia analizy. Miasto roztworu /K/ wyrażone w granach siarki na 1 cm³ roztworu obliczyć wg wzoru

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

w którym:

m - odważka próbki wzorcowej, g,

C - zawartość siarki w próbce wzorcowej, %,

V - objętość roztworu jodu zużytego na miareczkowanie, cm³.

3. Aparatura

a/ Aparat do oznaczania siarki wg PN-71/H-04041.

b/ Łódzki porcelanowe do spalań, wyprażone w temperaturze 1350+1400°C i przechowywane w eksykatorze.

c/ Haczyk z nierdzewnej stali do wprowadzania i wyciągania łódzki z pieca.

4. Wykonanie oznaczania

a/ **Przygotowanie aparatury.** Przed przystąpieniem do analizy sprawdzić szczelność aparatury w temperaturze 1350°C w następujący sposób: otworzyć zawór butli i przepuszczać tlen z szybkością 40+50 pęcherzyków/min. Za pomocą kurka odłączyć rurę do spalań od naczynia pochłaniającego. Wydzielanie pęcherzyków w naczyniu pochłaniającym powinno zaniknąć w ciągu 2-3 min i jeżeli po 5 min nie obserwuje się dalszego wydzielania, aparaturę należy uznać za szczelną. Z aparatury należy usunąć substancje mogące redukować jod. W tym celu biuretę napełnić roztworem jodu, a do naczynia pochłaniającego i porównawczego wlać po 50 cm³ roztworu do pochłaniania dwutlenku siarki i dodać z biurety po kilka kropli roztworu jodu do uzyskania jednakowego niebieskiego zabarwienia w obu naczyniach. Piec ogrzać do temperatury 1350+1400°C i przepuszczać tlen z szybkością 40+50 pęcherzyków/min, obserwując równocześnie zabarwienie roztworu w naczyniu pochłaniającym. Jeżeli w ciągu 4-5 min zabarwienie roztworu zmienia się, co wskazuje na obecność substancji redukującej, dodawać kroplami roztwór jodu do momentu aż zabarwienie pozostanie stałe i jednakowe z roztworem porównawczym.

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

Przebieg analizy. Odważkę 0,5 g próbki przy zawartości siarki do 0,2% lub 0,25 g przy zawartości siarki powyżej 0,2% umieścić w łódeczce do spalań, przykryć 0,5+1 g topnika i wprowadzić za pomocą haczyka do najgorętszej części rury do spalań. Spalać próbkę przez 3+5 min w temperaturze 1350+1400°C, przepuszczając tlen z szybkością 40+50 pęcherzyków/min. W miarę odbarwienia się roztworu w naczyniu pochłaniającym, dodawać z biurety kroplami roztwór jodu tak, aby nie znikło niebieskie zabarwienie. W momencie, gdy zabarwienie roztworu w naczyniu pochłaniającym przestanie się zmieniać i będzie jednakowe z zabarwieniem roztworu porównawczego, przerwać dodawanie roztworu jodu, przepuszczając nadal przez 1-2 min tlen. Jeżeli w tym czasie zabarwienie roztworu nie ulegnie zmianie, oznaczenie uznaje się za skończone.

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

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

w którym:

V - objętość roztworu jodu zużytego do miareczkowania, cm³,

K - miano roztworu jodu wyrażone w gramach siarki na 1 cm³ roztworu, g/cm³,

m - masa odważki próbki, g.

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

Zawartość siarki, %	Dopuszczalna różnica, %
od 0,05 do 0,10	0,010
powyżej 0,10 do 0,20	0,020
powyżej 0,20 do 0,40	0,030
powyżej 0,40 do 0,60	0,040

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.08

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice

2. Autorzy projektu normy: - inż. Teresa Capała, mgr inż. Krystyna Szeja - IMŻ