

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87/0602-56.10
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości cynku	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w kwasach solnym i azotowym z dodatkiem kwasu fluorowodorowego i odparowanie roztworu do sucha. Rozpuszczenie osadu w kwasie solnym, przesączenie roztworu i pomiar absorpcji przy długości fali 213,9 nm.

2. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1,18/ i roztwór 1+100.

b/ Kwas azotowy /1,40/.

c/ Kwas fluorowodorowy /1,13/.

d/ Rostwór tła: 15 g żelaza armco rozpuścić w 150 cm³ kwasu solnego, łagodnie ogrzewając. Po rozpuszczeniu dodać bardzo ostrożnie 10 cm³ kwasu azotowego i gotować do usunięcia tlenków azotu. Po ochłodzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu tła zawiera 15 mg żelaza.

e/ Rostwory wzorcowe cynku:

Rostwór A. 0,500 g metalicznego cynku rozpuścić, łagodnie ogrzewając, w 40 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/. Po ochłodzeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu A zawiera 0,5 mg cynku.

Rostwór B. 10 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu B zawiera 0,05 mg cynku.

3. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej wyposażony w lampę z katodą wnątkową lub EDL dla cynku, przystosowany do pracy w płomieniu acetylen-powietrze.

4. Wykonanie oznaczania

a/ **Przygotowanie wykresu wzorcowego.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć po 10 cm³ roztworu tła oraz kolejno: 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu B. Rostwory w kolbach uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Wykonać pomiary absorpcji i na podstawie otrzymanych wyników sporządzić wykres wzorcowy.

b/ **Przebieg analizy.** Odważkę 0,5 g próbki umieścić w szewce pojemności 250 cm³, dodać 15 cm³ kwasu solnego, 2 cm³ kwasu azotowego, 2-3 krople kwasu fluorowodorowego i odparować ostrożnie roztwór do sucha. Osad wyprażyć przez około 5 min, ochłodzić i rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego, łagodnie ogrzewając. Rostwór rozcieńczyć wodą do objętości około 30 cm³, zagotować i utrzymywać w stanie wrzenia przez około 5 min. Po ochłodzeniu roztwór przesączyć przez sączek średniej gęstości, przemyć szewkę i sączek 3 razy roztworem kwasu solnego, zbierając przesącz i wodę z przemywania do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Przy zawartości cynku powyżej 0,1% odebrać 20 cm³ roztworu próbki do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. Wykonać pomiary absorpcji równoległe w analizowanym roztworze próbki, roztworach wzorcowych i roztworze ślepej próby przy długości fali 213,9 nm w płomieniu acetylen-powietrze. Zawartość cynku odczytać z wykresu wzorcowego.

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

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

$$X = \frac{c_1 - c_2}{m} \cdot V \cdot 100$$

w którym:

c_1 - stężenie cynku w roztworze analizowanej próbki odczytane z wykresu wzorcowego, g/cm³,

c_2 - stężenie cynku w roztworze ślepej próby odczytane z wykresu wzorcowego, g/cm³,

V - objętość roztworu próbki, cm³,

m - masa odważki próbki lub masa odpowiadająca pobranej do analizy części roztworu, g.

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

Zawartość cynku, %	Dopuszczalna różnica, %
od 0,01 do 0,05	0,005
powyżej 0,05 do 0,10	0,008
powyżej 0,10 do 0,25	0,015
powyżej 0,25 do 0,50	0,030

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.10

1. Instytucja opracowująca normę: Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice

2. Autorzy projektu normy: inż. Irena Sheybal, mgr inż. Krystyna Świdorska - IMŻ