

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-87/0602-56.11
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości sodu i potasu	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Przeprowadzenie próbki do roztworu przez rozpuszczenie w kwasach solnym i fluorowodorowym. Odparowanie roztworu do sucha, rozpuszczenie pozostałości w kwasie solnym, związanie resztek fluorowodoru kwasem borowym i po odpowiednim rozcieńczeniu roztworu, pomiar absorpcji przy długości fali: dla sodu - 589,0 nm dla potasu - 766,5 nm.

2. Odczynniki i roztwory. Do analizy należy stosować wodę podwójnie destylowaną. Używane naczynia i pipety muszą być wykonane z tworzyw sztucznych, a przed użyciem przemyte roztworem kwasu solnego /1+2/. Palenie papierosów w bezpośrednim otoczeniu jest zabronione.

a/ Kwas solny /1,18/.

b/ Kwas fluorowodorowy /1,13/.

c/ Kwas borowy, roztwór nasycony.

d/ Roztwór 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 zawiera 15 mg żelaza.

e/ Wzorcowy roztwór sodu: około 2 g chlorku sodowego rozetrzeć w moździerzu agatowym, wysuszyć w temperaturze 105 + 110°C przez 2 h. Ochłodzić do temperatury pokojowej w eksykatorze. Odważyć 0,2542 g i rozpuścić w wodzie. Przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 100 cm³ przygotowanego roztworu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg sodu.

f/ Wzorcowy roztwór potasu: Około 2 g chlorku potasowego rozetrzeć w moździerzu agatowym, wysuszyć w temperaturze 105-110°C przez 2 h, ochłodzić w eksykatorze do temperatury pokojowej. Odważyć 0,1907 g rozpuścić w wodzie, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Przenieść 100 cm³ przygotowanego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu wzorcowego zawiera 0,02 mg potasu.

3. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej, wyposażony w lampy z katodą wnątkową dla sodu i potasu.

4. Wykonanie oznaczania

a/ Przygotowanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ dodać po 10 cm³ roztworu tła i odmierzyć kolejno: 0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 cm³ wzorcowego roztworu sodu oraz w tej samej kolejności: 0; 15,0; 10,0; 5,0; 2,5 cm³ wzorcowego roztworu potasu. Do każdej z kolb dodać po 10 cm³ roztworu kwasu borowego. Roztwory w kolbach uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwory kalibracyjne obejmują zakres stężeń: 0+3 ug/cm³ potasu i 0+1,5 ug/cm³ sodu oraz zawierają 1500 ug/cm³ żelaza. Wykonać pomiary absorpcji przygotowanych roztworów w płomieniu acetylen-powietrze i na podstawie otrzymanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe dla sodu i potasu.

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

b/ Przebieg analizy. Odważkę 0,5 g próbki umieścić w zlewce teflonowej lub parownicy platynowej, zwilżyć wodą, dodać 15 cm³ kwasu solnego. Zlewkę przykryć pokrywką teflonową i ogrzać łagodnie przez 30 min lub do momentu, gdy nie występuje już dalsze rozpuszczanie. Następnie dodać 3 cm³ kwasu fluorowodorowego i odparować roztwór do sucha. Pozostałość po ochłodzeniu rozpuścić w 5 cm³ kwasu solnego i 25 cm³ wody, ogrzać, dodać 10 cm³ roztworu kwasu borowego i dalej ogrzewać przez około 20 min, a następnie odstawić na 15 min. Po ochłodzeniu roztwór przesączyć przez sącsek średniej gęstości, przemyć 5 razy wodą, zbierając przesącz i wodę z przemywania do teflonowej kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski i wymieszać /roztwór podstawowy/. W zależności od przewidywanej zawartości alkali, odebrać odpowiednią ilość roztworu podstawowego wg tabl. 1.

Tablica 1

Na		K	
Zakres zawartości, %	Rozcieńczenie roztworu podstawowego cm ³	Zakres zawartości, %	Rozcieńczenie roztworu podstawowego cm ³
od 0,03 do 0,15	20/100	od 0,03 do 0,06	-
powyżej 0,15 do 0,30	10/100	powyżej 0,06 do 0,10	50/100
powyżej 0,30 do 0,60	5/100	powyżej 0,10 do 0,30	20/100
powyżej 0,60 do 1,00	25/100/10/100	powyżej 0,30 do 0,50	10/100

Do odmierzonej objętości roztworu podstawowego dodać objętość roztworu tła /V/ obliczoną wg wzoru

$$V = 0,1 \cdot /100 - V_1/ \quad /1/$$

w którym:

V_1 - objętość roztworu podstawowego próbki pobrana do rozcieńczenia, cm³
Zawartość w kolbie uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Wykonać pomiary absorpcji sodu i potasu w próbce i roztworze ślepej próby, przygotowanej równoległe i zawierającej te same ilości roztworu tła co roztwór próbki oznaczanej. Rozcieńczony roztwór ślepej próby przygotować następująco: pobrać V_1 cm³ roztworu ślepej próby, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać $0,1 \cdot /100 - V_1/$ cm³ roztworu tła, rozcieńczyć do kreski i wymieszać.

5. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu lub potasu /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{/c_1 - c_2/ \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10^6} \quad /2/$$

w którym:

c_1 - stężenie sodu /potasu/ w roztworze próbki odczytane z krzywej wzorcowej, ug/cm³,

c_2 - stężenie sodu /potasu/ w roztworze ślepej próby odczytane z krzywej wzorcowej, ug/cm³,

V - końcowa objętość roztworu próbki, cm³,

m - masa odważki próbki, odpowiadająca odebranej części roztworu, g.

Współczynniki przeliczeniowe na tlenki wynoszą:

Na na Na₂O - 1,3480

K na K₂O - 1,2046

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

Tablica 2

Zawartość sodu, %	Dopuszczalna różnica, %	Zawartość potasu, %	Dopuszczalna różnica, %
od 0,03 do 0,05	0,005	od 0,03 do 0,05	0,005
powyżej 0,05 do 0,10	0,01	powyżej 0,05 do 0,10	0,01
powyżej 0,10 do 0,25	0,02	powyżej 0,10 do 0,25	0,02
powyżej 0,25 do 0,50	0,04	powyżej 0,25 do 0,50	0,04
powyżej 0,50 do 1,00	0,10		

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.11

1. Instytucja opracowująca normę: Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice
2. Autorzy projektu normy - inż. Irena Sheybal, mgr inż. Krystyna Świdorska - IMŻ