

| | | |
|-----------------------------|---|--------------------------------------|
| HUTNICTWO ŻELAZA I STALI | N O R M A B R A N Ź O W A | BN-87/0602-56.12 |
| | Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości ołowiu | zamiast: Grupa katalogowa 0318 |

1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i azotowym. Dotopienie części nierozpuszczalnych w mieszaninie węglanu sodowego i kwasu borowego. Pomiar absorpcji atomowej ołowiu przy długości fali 283,3 nm w płomieniu acetylen-powietrze.

2. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1,18/ i roztwory 1+1, 1+50.

b/ Kwas azotowy /1,40/.

c/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwór 1+1.

d/ Kwas fluorowodorowy, /1,13/.

e/ Mieszanina do stapiania: węglan sodowy bezwodny zmieszać z kwasem borowym w stosunku 3:1.

f/ Żelazo, roztwór 5 procentowy: 50 g żelaza metalicznego o zawartości ołowiu poniżej 0,001% umieścić w zlewce pojemności 400 cm³ i rozpuścić w 250 cm³ kwasu solnego, lekko ogrzewając.

Roztwór utlenić, dodając kroplami kwas azotowy, po czym odparować do konsystencji syropu. Następnie dodać 100 cm³ kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do objętości około 200 cm³, ochłodzić i przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,05 g żelaza.

g/ Roztwór wzorcowy ołowiu: 0,1 g ołowiu metalicznego rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/ i gotować do odpędzenia tlenków azotu, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu wzorcowego zawiera 0,10 mg ołowiu.

3. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej z lampą EDL lub HCl z katodą wnąkową dla ołowiu.

4. Wykonanie oznaczania

a/ Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu zlewek pojemności 150 cm³ odważyć po 1,0 g mieszaniny do stapiania, a następnie dodać po 20 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/ i po 20 cm³ roztworu żelaza. Zawartość zlewek ogrzać do wydzielenia dwutlenku węgla i ochłodzić. Następnie odmierzyć kolejno: 0,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 i 20,0 cm³ wzorcowego roztworu ołowiu, po czym roztwory ze wszystkich zlewek przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Wykonać pomiar atomowej absorpcji ołowiu przy długości fali 283,3 nm w płomieniu acetylen-powietrze. Roztwór nie zawierający wzorcowego roztworu ołowiu stanowi ślepa próbę. Na podstawie otrzymanych wyników sporządzić wykres wzorcowy.

b/ Przebieg analizy. Odważyć 2 g próbki do zlewki pojemności 150 cm³ i lekko swilżyć wodą. Następnie dodać 30 cm³ kwasu solnego i ogrzewać. Roztwór utlenić 5 cm³ kwasu azotowego, po czym odparować do wilgotnej pozostałości. Sole rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego, ogrzewając, po czym

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

dodać 50 cm³ wody, ogrzać do wrzenia i przesączyć przez sączek średniej gęstości. Pozostałość na sączku przemyć kilka razy roztworem kwasu solnego /1+50/, a następnie gorącą wodą do zaniku żółtego zabarwienia sączka. Przesączyć zachować do dalszej analizy.

Sączek z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spopielić i wyprażyć w temperaturze 700 + 800°C. Do pozostałości w tyglu dodać 1-2 krople wody, 4 krople roztworu kwasu siarkowego, 5+10 cm³ kwasu fluorowodorowego i odparować do zaprzestania wydzielania się par kwasu siarkowego. Pozostałość w tyglu stopić z 1 g mieszaniny do stopienia w temperaturze 950+1000°C. Po ochłodzeniu stop wylugować w 50 cm³ roztworu kwasu solnego /1+50/ i otrzymany roztwór połączyć z pierwotnym przesączem zachowanym do analizy. Połączony roztwór, gdy służy do pomiaru, zagęścić przez odparowanie, po czym przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Wykonać pomiar absorpcji ołowiu przy długości fali 283,3 nm w płomieniu acetylen-powietrze. Równocześnie z analizowaną próbką wykonywać próbę ślepą.

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

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V \cdot 100}{m} \quad /1/$$

w którym:

- c₁ - stężenie ołowiu w roztworze analizowanej próbki odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- c₂ - stężenie ołowiu w ślepej próbce odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V - objętość roztworu próbki, cm³,
- m - masa odważki próbki, g.

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

| Zawartość ołowiu, % | Dopuszczalna różnica, % |
|----------------------|-------------------------|
| od 0,01 do 0,02 | 0,005 |
| powyżej 0,02 do 0,05 | 0,008 |
| powyżej 0,05 do 0,10 | 0,015 |

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.12

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