

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87/0602-56.13
	Analiza chemiczna pyłu wielkopieczowego Oznaczanie zawartości arsenu	zamiast:
		Grupa katalogowa 0318

1. Zasada metody. Stopienie próbki z nadtlentkiem sodowym w tyglu żelaznym. Wylugowanie stopu wodą, zakwaszenie kwasem solnym i fosforowym, redukcja arsenu pięciowartościowego do metalicznego za pomocą podfosforynu sodowego w obecności soli miedzi jako katalizatora. Pomiar absorpcji światła przez koloidalny roztwór arsenu i odczyt wyniku z wykresu wzorcowego.

2. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1,18/.

b/ Mieszanina kwasów solnego i fosforowego: 400 cm<sup>3</sup> kwasu solnego /1,18/ zmieszać z 600 cm<sup>3</sup> kwasu fosforowego /1,7/.

c/ Nadtlenek sodowy.

d/ Roztwór siarczanu miedziowego: 10 g pięciowodnego siarczanu miedziowego rozpuścić w 500 cm<sup>3</sup> wody i dodać 300 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 200 cm<sup>3</sup> kwasu fosforowego, wymieszać i roztwór przesączyć.

e/ Roztwór podfosforynu sodowego: 150 g podfosforynu sodowego rozpuścić w 250 cm<sup>3</sup> wody, dodać 150 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 100 cm<sup>3</sup> kwasu fosforowego i wymieszać. Po ostudzeniu odsączyć wytrącony chlorek sodowy. Roztwór przechowywać w zamkniętej butelce z ciemnego szkła w chłodnym miejscu.

f/ Wzorcowy roztwór arsenu: 0,1320 g trójtlenku arsenowego rozpuścić w 5 cm<sup>3</sup> 10% m/V roztworu wodorotlenku sodowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm<sup>3</sup> roztworu zawiera 0,1 mg arsenu.

3. Aparatura. Spektrofotometr lub fotometr z wyposażeniem.

4. Wykonanie oznaczania

a/ Przygotowanie krzywej wzorcowej. 10 g nadtlentku sodowego stopić w tyglu żelaznym, przykrytym żelazną pokrywką, początkowo na małym płomieniu, a następnie podwyższając temperaturę do uzyskania ciemnoczerwonego żaru stopionej masy i w tej temperaturze utrzymywać przez 10 min. Po ostudzeniu tygiel umieścić w wysokiej zlewce pojemności 600 cm<sup>3</sup> i wylugować stop niewielką ilością wody, po czym tygiel wyjąć i spłukać wodą. Objętość roztworu w zlewce nie powinna przekraczać 120 cm<sup>3</sup>. Do zlewki dodać 80 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, roztwór podgrzać i gotować w ciągu kilku min. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Roztwór przesączyć przez suchy faldowany sączek do suchej zlewki. Do dziesięciu kolb pomiarowych pojemności 50 cm<sup>3</sup> odebrać po 10 cm<sup>3</sup> z przygotowanego roztworu i dodać po 5 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów solnego i fosforowego, a następnie odmierzyć kolejno mikrobiuretą 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 i 2,0 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu arsenu. Do wszystkich kolb dodać po 2 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu miedziowego i po 10 cm<sup>3</sup> roztworu podfosforynu sodowego. Zawartość kolb wymieszać i kolby wstawić do wrzącej łaźni wodnej na przeciąg 15 ± 0,5 min. Łaźnia wodna przez cały czas powinna być w stanie wrzenia. Po wyjęciu z łaźni kolby ostudzić na powietrzu do temperatury pokojowej.

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

Po 45 min kolby dopełnić wodą do kreski, wymieszać i zmierzyć absorpcję roztworów na spektrofotometrze przy długości fali 470 nm lub fotometrze, stosując filtr S-47 i lampę wolframową. Jako porównawczy stosować roztwór, do którego nie dodano wzorcowego roztworu arsenu. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

b/ Przebieg analizy. 2 g próbki odważyć do tygla żelaznego, zawierającego 10 g nadtlenku sodowego, całość wymieszać, przykryć tygiel pokrywką żelazną. Stopienie, ługowanie stopu i sączenie otrzymanego roztworu przeprowadzić jak podano wg poz.a/. W identyczny sposób wykonać ślepej próbę.

Z otrzymanych roztworów i ślepej próby pobrać do kolb pomiarowych pojemności 50 cm<sup>3</sup> po 10 cm<sup>3</sup> roztworu, dodać po 5 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów, po 2 cm<sup>3</sup> roztworu siarczanu miedziowego i po 10 cm<sup>3</sup> roztworu podfosforynu sodowego. Wytworzenie koloidalnego roztworu arsenu wykonać na łaźni wodnej wg poz.a/. Przy pomiarach absorpcji jako porównawczy stosować roztwór ślepej próby.

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$m_1$  - masa arsenu w roztworze próbki, odczytana z krzywej wzorcowej, g,

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

6. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać wartości 0,004%.

K O N I E C

Informacje dodatkowe do BN-87/0602-56.13

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice

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