

<b>HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH</b>	<b>NORMA BRANŻOWA</b>	<b>BN-80</b>
	<b>Proszek ferrytu barowego</b>	<b>0885-09</b>
		Zamiast BN-74/0885-09
		Grupa katalogowa III 56

### 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest proszek ferrytu barowego otrzymywany przez spiekanie mieszaniny tlenku żelazowego z solami barowymi i innymi dodatkami modyfikującymi.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Proszek ferrytu barowego stosuje się jako półprodukt do produkcji magnezów spiekanych i plastycznych — izotropowych i anizotropowych.

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Rodzaje.** W zależności od własności i przeznaczenia rozróżnia się 4 rodzaje proszku ferrytu barowego:

— FBa12,7-0,001 — proszek ferrytu barowego stosowany do wytwarzania magnezów spiekanych izotropowych,

— FBa12,7-0,0025 — proszek ferrytu barowego stosowany do wytwarzania magnezów plastycznych izotropowych i anizotropowych,

— FBa12,5-0,010 — proszek ferrytu barowego stosowany do wytwarzania magnezów spiekanych anizotropowych,

— FBa12-0,010 — proszek ferrytu barowego, otrzymany z przemiału odpadowych magnezów spiekanych izo- i anizotropowych, stosowany do wytwarzania magnezów spiekanych izotropowych i anizotropowych.

**2.2. Przykład oznaczenia** proszku ferrytu barowego rodzaju FBa 12,7-0,001:

SPIEKANY PROSZEK FERRYTU BAROWEGO  
FBa 12,7-0,001 BN-80/0885-09

### 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Proszek ferrytu barowego powinien mieć kolor ciemnobrunatny, powinien być sypki, wolny od zanieczyszczeń mechanicznych.

**3.2. Własności fizykochemiczne** podano w tabelicy.

Lp.	Własności	Rodzaje			
		FBa12,7-0,001	FBa12,7-0,0025	FBa12,5-0,10	FBa12-0,10
1	Skład chemiczny <sup>1)</sup> , %, najwyżej	Fe Ba Mn BaSO <sub>4</sub> SiO <sub>2</sub>	58,6 ÷ 59,6 12,7 ÷ 13,7 0,5 1,0 0,3 ÷ 0,6	59,3 ÷ 60,1 12,5 ÷ 13,3 0,4 1,0 0,2	59,0 ÷ 60,1 12,0 ÷ 13,0 0,5 1,0 0,8
2	Wilgotność, %, najwyżej		0,5	0,5	0,5
3	Gęstość nasypowa z usadem, g/cm <sup>3</sup>		1,7 ÷ 2,4	2,4 ÷ 3,0	2,8 ÷ 3,4
4	Zakres stosunku <sup>2)</sup> udziału mol Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : mol BaO		5,6 ÷ 6,2	5,4 ÷ 5,8	5,6 ÷ 6,2
5	Pozostałość na sicie: 0,70 mm, %, najwyżej 0,10 mm, %, najwyżej		— 0,5	— 0,5	1,0 —
6	Podatność magnetyczna 10 <sup>10</sup> · κ (H/mg)		≥8,5	≥6,5	wg uzgodnienia z zamawiającym
7	Średnia średnica cząstki d, μm		1,0 <sup>+0,2</sup> <sub>-0,1</sub>	najwyżej 2,5	najwyżej 10

<sup>1)</sup> Za zgodą zamawiającego dopuszcza się odchyłki od składu chemicznego, jeżeli pozostałe własności odpowiadają wymaganiom normy. Zawartość CaO najwyżej 0,1% gwarantuje dostawca.

<sup>2)</sup> Dopuszcza się odstępstwa od założonych granic zawartości Fe i Ba, jeżeli zostanie zachowany stosunek udziałów molowych Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : BaO w wyżej podanych granicach.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych

Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE  
dnia 11 marca 1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1981r.

(Dz. Norm. i Miar nr 11/1980 poz. 50)

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Proszek ferrytu barowego należy pakować do worków papierowych wg PN-76/P-79005 i PN-68/O-79027 o masie nie przekraczającej 40 kg.

Do każdego worka należy dołączyć przywieszkę zawierającą co najmniej:

- a) nazwę wytwórcy,
- b) nazwę produktu,
- c) gatunek proszku,
- d) numer partii,
- e) datę produkcji,
- f) masę netto.

Ponadto worki powinny być oznaczone w zależności od rodzaju proszku w sposób następujący:

- FBa12,7-0,001 — bez oznaczenia,  
 FBa12,7-0,0025 — oznaczone jednym paskiem,  
 FBa12,5-0,010 — oznaczone dwoma paskami,  
 FBa12-0,010 — oznaczone trzema paskami.

**4.2. Przechowywanie.** Proszek opakowany zgodnie z 4.1 należy przechowywać w pomieszczeniach krytych i suchych, wolnych od wilgoci i zanieczyszczeń aktywnymi chemikaliami.

**4.3. Transport.** Proszek opakowany zgodnie z 4.1 należy przewozić w suchych i krytych środkach transportowych wolnych od wilgoci i zanieczyszczeń aktywnymi chemikaliami.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) sprawdzenie składu chemicznego (3.2),
- c) sprawdzenie wilgotności (3.2),
- d) sprawdzenie gęstości nasypowej z usadem — tylko na żądanie podane w zamówieniu (3.2),
- e) sprawdzenie stosunku udziału procentów molowych  $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{BaO}$  (3.2),
- f) sprawdzenie pozostałości na sicie 0,70 mm (3.2),
- g) sprawdzenie pozostałości na sicie 0,10 mm (3.2),
- h) sprawdzenie podatności magnetycznej (3.2),
- i) sprawdzenie średniej średnicy cząstek (3.2).

**5.2. Partia.** Partię stanowi proszek ferrytu barowego jednego rodzaju, wyprodukowany w tym samym cyklu produkcyjnym.

### 5.3. Pobieranie i przygotowanie próbek

**5.3.1. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej** — wg PN-75/H-04936 w ilości 1000 g.

**5.3.2. Przygotowanie próbki do oznaczeń chemicznych i podatności magnetycznej.** Około 200 g średniej próbki laboratoryjnej rodzaju FBa12,7-0,001 i FBa12,7-0,0025 przesiał przez sita o wymiarze oczek 0,063 mm, a rodzaju FBa12,5-0,010 i FBa12-0,010 przesiał przez sita o wymiarze oczek 0,20 mm. Pozostałość na sicie rozdrabniać w moździerzu stalowym dotąd, aż całość próbki rodzaju FBa12,7-0,001 i FBa12,7-0,0025 przejdzie przez sita 0,063 mm, a rodzaju FBa12,5-0,010 i FBa12-0,010 przez sita 0,20 mm i dołączyć do uprzednio przesianej części próbki. Całość ujednorodnić przez dokładne wymieszanie.

### 5.4. Wytyczne ogólne sprawdzenia składu chemicznego

**5.4.1. Czystość odczynników.** Jeżeli nie podano inaczej, należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. i wodę destylowaną.

**5.4.2. Dokładność ważenia.** Jeżeli nie podano inaczej, próbki należy ważyć:

- do 2 g — z dokładnością do 0,0002 g,  
 powyżej 2 do 5 g — z dokładnością do 0,001 g,  
 powyżej 5 g — z dokładnością do 0,01 g.

**5.4.3. Wynik.** Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń o rozbieżności nie przekraczającej dopuszczalnych odchyłek przewidzianych dla danej metody i zakresu zawartości pierwiastka.

### 5.5. Opis badań

**5.5.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego** należy przeprowadzać nieuzbrojonym okiem na średniej próbce laboratoryjnej.

### 5.5.2. Oznaczanie zawartości żelaza

**5.5.2.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, redukcja żelaza trójwartościowego chlorkiem cynawym i miareczkowanie roztworem nadmanganianu potasowego po uprzednim dodaniu chlorku rtęciowego i roztworu mieszaniny Reinhardta.

### 5.5.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18).
- b) Chlorek cynawy ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), roztwór 10-procentowy: 50 g chlorku cynawego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i rozcieńczyć do 500 cm<sup>3</sup> wodą. W celu zabezpieczenia przed utlenieniem cyny dwuwartościowej do czterowartościowej należy dodać 1 ÷ 2 g cyny w granulkach.

c) Mieszanina Reinhardta: 67 g siarczanu manganowego rozpuścić w  $500 \div 600 \text{ cm}^3$  wody. Do roztworu dodać  $138 \text{ cm}^3$  kwasu fosforowego (1,7),  $130 \text{ cm}^3$  kwasu siarkowego (1,83) i dopełnić wodą do  $1 \text{ dm}^3$ .

d) Chlorek rtęciowy, roztwór 5-procentowy: 50 g chlorku rtęciowego rozpuścić w  $1 \text{ dm}^3$  wody.

e) Kwas szczawiowy, roztwór 0,1N: 4,5008 g kwasu szczawiowego wysuszonego w temperaturze  $105^\circ\text{C}$  rozpuścić w wodzie, w kolbie pomiarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$  i dopełnić wodą do kreski.

f) Nadmanganian potasowy, roztwór 0,1N: 3,2 g nadmanganianu potasowego rozpuścić w wodzie i gotować przez 15 min. Po ostudzeniu przesączyć przez sączek z waty szklanej, sączek przemyć, a przesącz uzupełnić wodą do objętości  $1 \text{ dm}^3$ . Miano roztworu nastawić na kwas szczawiowy przygotowany wg poz. e).

**5.5.2.3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę próbki  $0,3 \text{ g}$  umieścić w kolbie stożkowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$  i rozpuścić na gorąco w  $10 \text{ cm}^3$  kwasu solnego (1,18), zmyć ścianki kolby wodą i do gorącego roztworu dodawać kroplami roztwór chlorku cynawego w celu zredukowania żelaza trój- do dwuwartościowego. Po oziębieniu dodać  $10 \text{ cm}^3$  roztworu chlorku rtęciowego. W zlewce pojemności  $400 \text{ cm}^3$  przygotować roztwór zawierający  $25 \text{ cm}^3$  mieszaniny Reinhardta i  $250 \text{ cm}^3$  wody z kroplą roztworu nadmanganianu potasowego. W ten sposób przygotowaną mieszaninę dodać do roztworu badanego i mieszając miareczkować 0,1N roztworem nadmanganianu potasowego do uzyskania jasnoróżowego zabarwienia utrzymującego się przez około 25 s.

**5.5.2.4. Obliczanie wyników.** Zawartość żelaza (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,005585}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

V — objętość 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,

0,005585 — ilość żelaza odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  ściśle 0,1N roztworowi nadmanganianu potasowego, g,

m — odważka próbki, g.

**5.5.2.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,2%.

### 5.5.3. Oznaczanie zawartości baru

**5.5.3.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, oddzielenie części nieroz-

puszczalnych po uprzednim skompensowaniu żelaza wersenianem dwusodowym, strącenie baru w postaci siarczanu barowego, odsączenie i rozpuszczenie osadu siarczanu barowego w określonej objętości 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego w środowisku alkalicznym i oznaczanie baru przez odmiareczkowanie nadmiaru wersenianu 0,01M roztworem siarczanu magnezowego.

#### 5.5.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18).

b) Amoniak (0,91).

c) Roztwór buforowy o  $\text{pH}=10$ . 70 g chlorku amonowego rozpuścić w  $200 \text{ cm}^3$  wody, dodać  $570 \text{ cm}^3$  amoniaku (0,91) i uzupełnić objętość roztworu wodą do  $1 \text{ dm}^3$ .

d) Czerni eriochromowa T. 0,05 g czerni eriochromowej T dokładnie rozetrzeć w moździerzu agatowym z  $10 \text{ g}$  chlorku sodowego.

e) Wzorcowy roztwór chlorku barowego ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 2,4431 g chlorku barowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zawartość baru w roztworze oznaczać metodą wagową podając ilość gramów baru zawartego w  $1 \text{ cm}^3$  roztworu.

Miano otrzymanego roztworu wyrażone w molach obliczyć wg wzoru

$$M_{\text{Ba}} = \frac{b}{0,13736} \quad (2)$$

w którym:

b — ilość Ba zawarta w  $1 \text{ cm}^3$  badanego roztworu, g,

0,13736 — ilość gramów Ba zawarta w  $1 \text{ cm}^3$  ściśle 1M roztworu chlorku barowego.

f) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,01M. 3,7210 g wersenianu dwusodowego rozpuścić na gorąco w małej ilości wody w kolbie pomiarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$ , rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać. Miano roztworu wersenianu dwusodowego nastawić na wzorcowy roztwór chlorku barowego. Odmierzyć  $25 \text{ cm}^3$  roztworu wzorcowego chlorku barowego, dodać  $50 \text{ cm}^3$  roztworu wersenianu,  $50 \text{ cm}^3$  wody,  $5 \text{ cm}^3$  roztworu buforowego i odmiareczkować nadmiar wersenianu dwusodowego roztworem siarczanu magnezowego wobec 0,025 g czerni eriochromowej T do zmiany barwy wskaźnika z niebieskiej na fioletową.

Miano otrzymanego roztworu ( $M_1$ ) wyrażone w molach obliczyć wg wzoru

$$M_1 = \frac{25 \cdot M_{\text{Ba}}}{50 - (V_2 \cdot S)} \quad (3)$$

w którym:

25 — objętość użytego roztworu chlorku barowego,  $\text{cm}^3$ ,

$M_{Ba}$  — miano wzorcowego roztworu chlorku barowego wyrażone w molach,

50 — objętość użytego roztworu wersenianu dwusodowego,  $cm^3$ ,

$V_2$  — objętość roztworu siarczanu magnezu zużyta na odmiareczkowanie nadmiaru roztworu wersenianu dwusodowego,  $cm^3$ ,

$S$  — mnożnik przekraczający ilość  $cm^3$  ( $V_2$ ) roztworu siarczanu magnezowego na odmiareczkowanie 50  $cm^3$  roztworu wersenianu dwusodowego.

g) Siarczan magnezowy ( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ), roztwór 0,01M. 2,465 g siarczanu magnezowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1  $dm^3$ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Miano roztworu nastawić na roztwór wersenianu dwusodowego. Odmierzyć 25  $cm^3$  mianowanego wersenianu dwusodowego do kolby stożkowej pojemności 300  $cm^3$ , rozcieńczyć wodą do objętości 95  $cm^3$ , dodać 5  $cm^3$  roztworu buforowego, 0,025 g czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem siarczanu magnezowego do zmiany barwy wskaźnika z niebieskiej na fioletową.

Miano roztworu ( $M_2$ ) siarczanu magnezowego w molach obliczyć wg wzoru

$$M_2 = \frac{25 \cdot M_1}{V_1} \quad (4)$$

w którym:

25 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego,  $cm^3$ ,

$M_1$  — miano roztworu wersenianu dwusodowego wyrażone w molach,

$V_1$  — objętość roztworu siarczanu magnezowego zużyta na zmiareczkowanie wersenianu dwusodowego,  $cm^3$ .

h) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 5-procentowy.

**5.5.3.3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 0,2 g próbki umieścić w zlewce pojemności 100  $cm^3$  i rozpuścić na gorąco w 5  $cm^3$  kwasu solnego (1,18), odparować prawie do sucha, dodać 50  $cm^3$  0,01M wersenianu dwusodowego i pozostawić na łaźni wodnej kilka minut do momentu, gdy roztwór nad osadem będzie klarowny. Wytrącony osad odsączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 400  $cm^3$ , przemyć zlewkę i sączek kilkakrotnie wersenianem dwusodowym, zbierając przesącz z przemycia, którego łączna ilość powinna wynosić 250  $cm^3$  (pH przesączu około 2). Roztwór ogrzać do wrzenia, dodać 5  $cm^3$  5-procentowego roztworu kwasu siarkowego. Roztwór z osadem ogrzać na łaźni wodnej do opadnięcia osadu. Wydzielony osad w postaci siarczanu barowego odsączyć przez twardy są-

czek, przemyć kilkakrotnie roztworem wersenianu dwusodowego i gorącą wodą z dodatkiem kilku kropel kwasu siarkowego, a następnie gorącą wodą. Sączek z osadem przenieść do zlewki, dodać 50  $cm^3$  0,01M wersenianu dwusodowego, 5  $cm^3$  amoniaku, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzać do całkowitego rozpuszczenia osadu siarczanu barowego. W przypadku gdy amoniak wyparuje, a osad się nie rozpuści, należy dodać 3  $cm^3$  amoniaku i ponownie ogrzewać. Rozpuszczenie powinno trwać około 20 min. Następnie dodać do roztworu 50  $cm^3$  wody, 5  $cm^3$  roztworu buforowego i miareczkować 0,01M siarczanem magnezowym wobec czerni eriochromowej T do pierwszej zmiany barwy z niebieskiej na fioletową.

**5.5.3.4. Obliczanie wyników.** Zawartość baru ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(M_1 \cdot V_1) - (M_2 \cdot V_2) \cdot 0,13736}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

$M_1$  — miano wyrażone w molach roztworu wersenianu dwusodowego,

$V_1$  — objętość roztworu wersenianu dwusodowego,  $cm^3$ ,

$M_2$  — miano wyrażone w molach roztworu siarczanu magnezowego,

$V_2$  — objętość roztworu siarczanu magnezowego zużyta na odmiareczkowanie nadmiaru nieprzereagowanego wersenianu dwusodowego,  $cm^3$ ,

0,13736 — ilość gramów Ba zawarta w 1  $cm^3$  ściśle 1M roztworu chlorku barowego,

$m$  — odważka próbki, g.

**5.5.3.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,2%.

#### 5.5.4. Oznaczanie zawartości manganu

**5.5.4.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, zobojętnienie gorącego roztworu zawiesiną tlenku cynkowego z równoczesnym strąceniem wodorotlenku żelazowego i miareczkowanie gorącego roztworu nadmanganianem potasowym.

##### 5.5.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1 + 1.

b) Tlenek cynkowy, zawiesina: 200 g tlenku cynku wymieszać z 300  $cm^3$  wody.

c) Nadmanganian potasowy, roztwór 0,1N przygotowany wg 5.5.2.2.

**5.5.4.3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 1 g próbki umieścić w kolbie pojemności 300  $cm^3$  i rozpuścić w 15  $cm^3$  roztworu kwasu solnego (1+1), rozcieńczyć wodą do objętości 150  $cm^3$

i zagotować. Do wrzącego roztworu dodać małymi porcjami zawieszinę tlenku cynkowego w celu zobojętnienia i wytrącenia wodorotlenku żelazowego w postaci brunatnego osadu, który opada. Nadmiar tlenku cynkowego powinien być nieznaczny, aby roztwór nad osadem nie był mętny. W przypadku powstania zmętnienia należy dodać kilka kropel rozcieńczonego kwasu solnego, wymieszać i zagotować. Gorący roztwór miareczkować 0,1N roztworem nadmanganianu potasowego do pojawienia się jasnoróżowego zabarwienia roztworu nad osadem nie znikającego po gotowaniu i wymieszaniu.

**5.5.4.4. Obliczanie wyników.** Zawartość manganu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,001648}{m} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

V — objętość 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,001648 — ilość manganu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1N roztworowi nadmanganianu potasowego, g,

m — odważka próbki, g.

**5.5.4.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,1%.

**5.5.5. Oznaczanie zawartości siarczanu barowego**

**5.5.5.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, oddzielenie części nierozpuszczalnych po uprzednim skompleksowaniu żelaza wersenianem dwusodowym, rozpuszczenie siarczanu barowego (zawartego w częściach nierozpuszczalnych) w określonej objętości 0,01M roztworu wersenianu dwusodowego w środowisku alkalicznym i oznaczanie siarczanu barowego przez odmiareczkowanie nadmiaru wersenianu 0,01M roztworem siarczanu magnezowego.

**5.5.5.2. Odczynniki i roztwory** — wg 5.5.3.2.

**5.5.5.3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 1 g próbki rozpuścić na gorąco w 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18), odparować do objętości 5 cm<sup>3</sup>, dodać 100 cm<sup>3</sup> wersenianu dwusodowego i pozostawić na łaźni wodnej na kilka minut do momentu, gdy roztwór nad osadem będzie klarowny. Zawartość zlewki przesączyć przez twardy sączek, przemyć zlewkę i sączek z osadem roztworem wersenianu dwusodowego dotąd, aż sączek będzie odbarwiony, a przesącz bezbarwny. Przemywanie powtórzyć gorącą wodą. Sączek z osadem przenieść do zlewki, dodać 50 cm<sup>3</sup> 0,01M wersenianu dwusodowego, 8 cm<sup>3</sup> amoniaku, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia osadu.

Po rozpuszczeniu osadu dodać do roztworu 50 cm<sup>3</sup> wody, 5 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego i miareczkować wobec czerni eriochromowej T do zmiany barwy wskaźnika z niebieskiej na fioletową.

**5.5.5.4. Obliczanie wyników.** Zawartość siarczanu barowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(M_1 \cdot V_1) - (M_2 \cdot V_2) \cdot 0,2334}{m} \cdot 100 \quad (7)$$

w którym:

M<sub>1</sub> — miano wyrażone w molach roztworu wersenianu dwusodowego,

V<sub>1</sub> — objętość roztworu wersenianu dwusodowego, cm<sup>3</sup>,

M<sub>2</sub> — miano wyrażone w molach roztworu siarczanu magnezowego,

V<sub>2</sub> — objętość roztworu siarczanu magnezowego zużytego na odmiareczkowanie nadmiaru nieprzereagowanego wersenianu dwusodowego, cm<sup>3</sup>,

0,2334 — ilość gramów siarczanu barowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 1M roztworowi chlorku barowego,

m — odważka próbki, g.

**5.5.5.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,1%.

**5.5.6. Oznaczanie zawartości dwutlenku krzemu**

**5.5.6.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, odparowanie do sucha, przeprowadzenie dwutlenku krzemu w lotne związku fluorokrzemowe i oznaczanie z różnicy mas części nierozpuszczalnych przed i po badaniu kwasem fluorowodorowym.

**5.5.6.2. Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1 + 1.

b) Kwas siarkowy (1,83).

c) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

**5.5.6.3. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 5 g próbki rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1 + 1) i odparować do sucha. Do pozostałości dodać około 25 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18), podgrzać do wrzenia, dodać 200 cm<sup>3</sup> wrzącej wody i sączyć przez ilościowy sączek. Zlewkę i sączek z osadem przemyć gorącą wodą zakwaszoną kwasem solnym (1,18), a następnie kilkakrotnie gorącą wodą, sączek z osadem wysuszyć, spalić i wyprażyć w tyglu platynowym do stałej masy. Po ostygnięciu osad zadać 1 ÷ 2 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, odparować do sucha i wyprażyć do stałej masy. Następnie zawartość w tyglu platynowym zadać kwasem fluorowodorowym z kilko-

ma kroplami kwasu siarkowego. Odparować na łaźni niezbyt gorącej, po odpędzeniu fluorowodoru dodać ponownie kwasu fluorowodorowego, odparować jak podano poprzednio, a w końcowej fazie na łaźni piaskowej. Suchą pozostałość wyprażyć do stałej masy.

**5.5.6.4. Obliczanie wyników.** Zawartość dwutlenku krzemu ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości po traktowaniu kwasem siarkowym i wyprażeniu, g,

$m_2$  — masa pozostałości po traktowaniu kwasem fluorowodorowym i wyprażeniu, g,

$m$  — odważka próbki, g.

**5.5.6.5. Dopuszczalna różnica** między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,01%.

**5.5.7. Sprawdzenie wilgotności** — wg PN-71/C-04401 p.2.5.

**5.5.8. Sprawdzenie gęstości nasypowej z usadem** — wg PN-77/H-04950, metoda B.

**5.5.9. Sprawdzenie zakresu stosunku udziałów molowych  $Fe_2O_3:BaO$  (C)** przeprowadza się przez obliczanie wg wzoru

$$C = \frac{A}{B} \cdot 1,28 \quad (9)$$

w którym:

$A$  — procentowa zawartość żelaza (Fe) w proszku, wg analizy,

$B$  — procentowa zawartość baru (Ba) w proszku, wg analizy,

1,28 — mnożnik ( $m$ ) otrzymany z wyliczenia<sup>1)</sup>.

#### 5.5.10. Sprawdzenie pozostałości na sicie

**5.5.10.1. Zasada oznaczania** polega na przesianiu próbki proszku rodzaju FBa12,5-0,010 i FBa12-0,010 przez sita o wymiarze boku oczka kwadratowego 0,70 mm, a proszku rodzaju FBa12,7-0,001 i FBa12,7-0,0025 przez sita 0,10 mm, zważeniu pozostałości proszku na sicie i obliczeniu jego zawartości procentowej.

**5.5.10.2. Wykonanie oznaczania.** Odważyć próbkę o masie 100 g ze średniej próbki laboratoryjnej z dokładnością do 0,1 g. Badaną próbkę proszku rodzaju FBa12,5-0,010 i FBa12-0,010 umieścić na sicie z denkiem i przykryć ją przykrywką. Tak przygotowany układ umieścić na wstrząsarce i uruchomić ją na 15 min, a próbkę proszku rodzaju FBa12,7-0,001 i FBa12,7-0,0025 umieścić na sicie z denkiem i za pomocą miękkie-

go pędzla przesiewać proszek przez 15 min. Oddzielone ziarna pozostałe na sicie przesypać na gładki papier i zważyć.

**5.5.10.3. Obliczanie wyników.** Pozostałość proszku ( $X$ ) rodzaju FBa12,5-0,010 i FBa12-0,010 na sicie 0,70 mm, a proszku rodzaju FBa12,7-0,001 i FBa12,7-0,0025 na sicie 0,10 mm należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (10)$$

w którym:

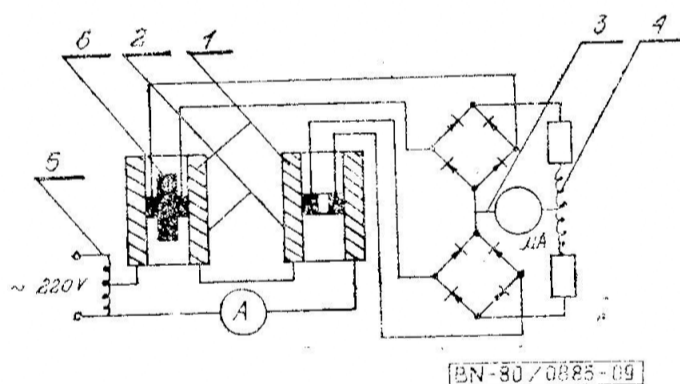
$m_1$  — masa proszku pozostałego na sicie, g,

$m$  — masa proszku pobranego do oznaczenia, g.

#### 5.5.11. Sprawdzenie podatności magnetycznej

**5.5.11.1. Zasada oznaczania.** Wartości podatności magnetycznej wyznacza się na podstawie pomiaru w specjalnym przyrządzie, w którym zastosowano dwa zespoły cewek połączonych różnicowo. Wyznaczana wartość związana jest ze składem chemicznym, temperaturą spiekania (stopniem ferrytyzacji), powierzchnią właściwą ziarn i gęstością.

**5.5.11.2. Aparatura.** Schemat różnicowego miernika podatności magnetycznej — wg rysunku.



1 — cewki magnesujące, 2 — cewki pomiarowe, 3 — zespół prostujący, 4 — miernik różnicowy, 5 — transformator regulacyjny, 6 — próbka proszku

**5.5.11.3. Przygotowanie próbek.** Odważyć cztery próbki po 15 g proszku ze średniej próbki laboratoryjnej przygotowanej wg 5.3.2. Odważone próbki należy wsypać z usadem do czterech próbek szklanych z płaskim dnem o średnicy 8,5 ÷ 11,5 mm i wysokości około 130 mm. Minimalna wysokość proszku z usadem powinna wynosić 100 mm.

**5.5.11.4. Wykonanie pomiaru.** Próbkę przygotowaną wg 5.5.11.3 należy umieścić w jednym z zespołów cewek pomiarowych, w wyniku czego wskaźnik przyrządu wychylił się o odpowiednią liczbę działek. Wskazania przyrządu należy odczytać i zanotować w protokole pomiarów. Pomiar należy prowadzić przy maksymalnej czu-

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe.

łości przyrządu. Przyrząd nie wymaga uprzedniego nagrzewania przed pomiarem. Jedynie próbki należy poddać procesowi kondycjonowania polegającemu na składowaniu w pomieszczeniu pomiarowym przez co najmniej 18 h.

**5.5.11.5. Obliczanie wyników.** Wartość podatności magnetycznej w H/mg obliczyć ze wzoru

$$\kappa = C \frac{\alpha}{GH} \quad (11)$$

w którym:

$C$  — stała przyrządu podana w instrukcji użytkowania,

$\alpha$  — wychylenie wskaźnika, liczba działek,

$H$  — natężenie pola magnetycznego, A/m,

$G$  — masa próbki, g.

W przypadku porównywania podatności dwóch próbek stosuje się wzór

$$\kappa_1 - \kappa_2 = C \frac{\alpha}{H(G_1 - G_2)} \quad (12)$$

w którym:

$\kappa_1, \kappa_2$  — podatności magnetyczne próbek, H/mg,

$C$  — stała przyrządu podana w instrukcji użytkowania,

$\alpha$  — wychylenie wskaźnika, liczba działek,

$G_1, G_2$  — masy próbek, g,

$H$  — natężenie pola magnetycznego, A/m.

**5.5.12. Sprawdzenie średniej średnicy cząstek** — wg PN-76/H-04944.

**5.6. Ocena wyników badań.** Jeżeli proszek ferrytu barowego nie odpowiada wymaganiom 3.1 i 3.2, partię proszku należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

**5.7. Attest.** Do każdej partii proszku należy dołączyć atest wg BN-74/0809-01, p. 2.2.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/0885-09

a) zwiększono zawartość Fe i Ba w proszku,

b) obniżono zawartość siarczanu barowego w proszku,

c) zmieniono zawartość tlenku krzemu,

d) wprowadzono zakres stosunku składu molowego  $Fe_2O_3 : BaO$ ,

e) wprowadzono czwarty gatunek proszku ferrytu barowego otrzymany z przemiału odpadowych magnesów spiekanych izotropowych i anizotropowych,

f) wprowadzono zamiast oznaczania objętości nasypowej oznaczanie gęstości nasypowej z usadem.

3. Normy związane

PN-71/C-04401 Pigmenty. Ogólne metody badań

PN-75/H-04936 Metalurgia proszków. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-76/H-04944 Metalurgia proszków. Oznaczanie średniej średnicy cząstek proszku metodą przepuszczalności

PN-77/H-04950 Metalurgia proszków. Oznaczanie gęstości nasypowej z usadem

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

BN-74/0809-01 Metale nieżelazne. Zaświadczenie jakości i atest

4. Symbol wg SWW — 0541-3

5. Autorzy projektu normy — mgr Bogumila Winsch — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice oraz mgr inż. Adam Szpila — Zakłady Metalurgiczne Trzebinia.

6. Wylizanie mnożnika do obliczania stosunku molowego  $Fe_2O_3 : BaO$

$$\frac{Fe}{Ba} \cdot m = \frac{Fe_2O_3}{BaO}$$

$$m = \frac{\text{masa cząst. } Fe_2O_3 \cdot \text{masa cząst. Ba}}{\text{masa cząst. BaO} \cdot \text{masa cząst. 2Fe}} =$$

$$= \frac{159,7 \cdot 137,36}{153,36 \cdot 111,7} = 1,28$$

lub

$$Fe \cdot a = Fe_2O_3$$

$$a = \frac{\text{masa cząst. } Fe_2O_3}{\text{masa cząst. 2Fe}} = \frac{159,7}{111,7} = 1,4297$$

$$Ba \cdot b = BaO$$

$$b = \frac{\text{masa cząst. BaO}}{\text{masa cząst. Ba}} = \frac{153,36}{137,36} = 1,1164$$

$$m = \frac{a}{b} = \frac{1,4297}{1,1164} = 1,28$$