

ODLEWNICTWO	NORMA BRANŻOWA	BN-67 4028-02
	Analiza chemiczna mas i lunkerytów egzotermicznych Oznaczanie żelaza	
	86 Grupa katalogowa III 89	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie żelaza w masach i lunkerytach egzotermicznych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy oznaczaniu żelaza w masie lub w lunkerycie egzotermicznym metodą miareczkową przy użyciu nadmanganianu potasowego. Metoda pozwala na oznaczanie żelaza w zakresie $5 \pm 20\%$.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, redukcja soli żelazowych do żelazawych chlorkiem cynawym i miareczkowanie soli żelazawych mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego.

2.2. Odczynniki i roztwory.

a/ Kwas solny /1, 19/ cz. d. a.

b/ Chlorek cynawy, roztwór 10-procentowy: 10 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 50 cm^3 kwasu solnego /1,19/ przy podgrzewaniu roztworu i po całkowitym rozpuszczeniu rozcieńczyć wodą do objętości 100 cm^3 . Roztwór należy sporządzać codziennie świeży albo przechowywać w atmosferze dwutlenku węgla.

c/ Chlorek rtęciowy, roztwór nasycony: 50 g HgCl_2 rozpuścić w 1 dm^3 wody o temperaturze około 50°C .

d/ Roztwór Reinhardt'a: 70 g $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić, ogrzewając w 500 cm^3 wody. Do ostudzonego roztworu dodać 140 cm^3 kwasu fosforowego /1, 7/, 140 cm^3 kwasu siarkowego /1, 83/ i uzupełnić wodą do objętości 1 dm^3 .

e/ Nadmanganian potasowy, roztwór 0,1 n: 3,8 g KMnO_4 rozpuścić w 1 dm^3 wody i odstawić w ciemne miejsce na dwa tygodnie. Po upływie tego czasu roztwór przesączyć przez trudno sączący lejek szklany /G4/. Sączka szklana nie należy przemywać wodą. Miano roztworu nadmanganianu potasowego nastawić na szczawian sodowy. W tym celu odważyć 0,2500 g szczawianu sodowego i rozpuścić w 300 cm^3 wody w kolbie stożkowej pojemności 1 dm^3 . Do-

dać 30 cm^3 kwasu siarkowego /1+4/, zagrzać do temperatury 70°C i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego możliwie szybko do barwy jasnorożowej. Miano roztworu nadmanganianu potasowego /f/ obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{a \cdot 0,005584}{b}$$

w którym:

a - odważka szczawianu sodowego, g,

0,005584 - ilość gramów żelaza odpowiadająca 1 cm^3 0,1 N roztworu KMnO_4 ,

b - objętość roztworu nadmanganianu sodowego zużytego do miareczkowania, cm^3 .

2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 50 g próbki do zlewki pojemności 600 cm^3 i przykryć szkiełkiem zegarkowym. Dodawać ostrożnie porcjami 300 cm^3 kwasu solnego /1, 19/, a po ustaniu gwałtownej reakcji rozpuszczania podgrzać zawartość zlewki do rozpuszczenia próbki. Spłukać szkiełko zegarkowe wodą, w zawartość zlewki wraz z nierozpuszczalną pozostałością przelać ostrożnie do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , oziębicić, uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Przez suchy fałdowany sączek przesączyć część roztworu do suchej zlewki. Z przesączu tego pobrać pipetą 20 cm^3 roztworu do kolby stożkowej pojemności 750 cm^3 . Dodać 10 cm^3 kwasu solnego /1, 19/ i ogrzać roztwór do wrzenia. Do gorącego roztworu dodawać kroplami roztwór chlorku cynawego do odbarwienia się roztworu żelaza, oraz nadmiar 1 kropli roztworu chlorku cynawego, rozcieńczyć 150 cm^3 zimnej wody i szybko ostudzić. Do roztworu dodać 10 cm^3 roztworu chlorku rtęciowego, rozcieńczyć wodą do objętości około 500 cm^3 , dodać 30 cm^3 roztworu Reinhardt'a, dobrze wymieszać i miareczkować 0,1 N roztworem nadmanganianu potasowego do pojawienia się bladorożowego zabarwienia, utrzymującego się przez 30 sek. W przypadku wytrącenia się szarego osadu rtęci metalicznej, po dodaniu roztworu chlorku rtęciowego, próbkę należy odrzucić i powtórzyć oznaczenie

Zgłoszona przez Instytut Odlewnictwa
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Odlewnictwa dnia 19 grudnia 1967 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1968 r.
(Mon. Pol. nr 40/1968 poz. 285)

od momentu pobrania 20 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 750 cm³.

2.4. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza X_{Fe} obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{\text{(Fe)}} = \frac{b \cdot f}{a} \cdot 100$$

w którym:

b - objętość roztworu nadmanganianu potasowego, zużytego do miareczkowania, cm³,

f - miano roztworu nadmanganianu potasowego, czyli ilość

gramów żelaza odpowiadająca 1 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego.

a - odważka próbki, g, /20 cm³ = 1,00 g/,

2.5. Dokładność oznaczania

zawartość żelaza	dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 10,0%	0,20%
powyżej 10,0%	0,30%

2.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z p. 2.5.

KONIEC