

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78 <hr/> 0828-08 Arkusz 02
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi Oznaczanie zawartości żelaza	
	Grupa katalogowa III 59	

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, wytrącenie wodorotlenków amoniakiem. Redukcja żelaza (III) za pomocą chlorku cynawego i miareczkowanie roztworem dwuchromianu potasowego wobec soli sodowej siarczanu dwufenyloaminy jako wskaźnika.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1, 18) i roztwór 1+1.
- b) Kwas azotowy (1, 4) i roztwór 1+1.
- c) Kwas siarkowy (1, 83), roztwór 1+1.
- d) Kwas fluorowodorowy (1, 13).
- e) Kwas fosforowy (1, 7).
- f) Amoniak (0, 91).
- g) Nadtlenek wodoru, roztwór 30-procentowy.
- b) Chlorek cynawy, roztwór: 12,5 g chlorku cynawego rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego (1, 18) i rozcieńczyć wodą do 100 cm³.
- i) Chlorek rtęciowy, roztwór nasycony.
- j) Sól dwusodowa siarczanu dwufenyloaminy, roztwór 0,05-procentowy.
- k) Dwuchromian potasowy, roztwór 0,1N: 4,9037 g dwuchromianu potasowego wysuszonego w temperaturze 140°C rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i po ochłodzeniu dopełnić wodą do kreski.

Nastawienie miana: odważyć 0,05 ÷ 0,1 g żelaza i rozpuścić w 15 cm³ kwasu solnego (1, 18) pod przykryciem, rozcieńczyć wodą do objętości około 25 ÷ 30 cm³ i zagotować. Do gorącego roztworu dodać kroplami roztworu chlorku cynawego do odbarwienia oraz 2 ÷ 3 krople jego nadmiaru. Roztwór ochłodzić i dodać 10 cm³ roztworu chlorku rtęciowego w celu związania nadmiaru chlorku cynawego, 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1), 10 cm³ kwasu fosforowego i kilka kropli roztworu dwusodowego siarczanu dwufenyloaminy. Miareczkować roztworem dwuchromianu potasowego do zmiany barwy zielonej na wiśniowoczerwoną.

Miano roztworu dwuchromianu potasowego (K) w gramach żelaza na 1 cm³ obliczyć według wzoru

$$K = \frac{m}{V} \quad (1)$$

w którym:

- m - masa żelaza zużytego do wyznaczania miana, g,
 V - objętość roztworu dwuchromianu potasowego zużytego do miareczkowania, cm³.

3. Wykonanie oznaczania

a) Rozpuszczenie pyłów i kamienia miedziowego. Odważyć 1 g próbki pyłu szybowego lub konwertorowego lub 0,5 do 1 g kamienia miedziowego w zależności od zawartości żelaza, umieścić w zlewce pojemności 600 cm³, zwilżyć kilkoma kroplami wody, dodać 15 cm³ kwasu solnego (1, 18) i 10 cm³ kwasu azotowego (1, 4), zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do wydzielenia tlenków azotu. Szkiełko zegarkowe spłukać niewielką ilością wody, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego i odparować do wydzielenia par bezwodnika kwasu siarkowego. Ochłodzić, dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i ogrzać do rozpuszczenia soli żelaza. Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości około 100 cm³, dodać 3 ÷ 4 kropli roztworu nadtlenku wodoru, ogrzać do temperatury około 80°C, wytrącić osad wodorotlenków za pomocą amoniaku i pozostawić na azbeście do koagulacji osadu. Osad przesączyć przez miękkie sączki i przemyć gorącą wodą z dodatkiem kilku kropli amoniaku. Osad spłukać do zlewki, w której prowadzono wytrącanie i rozpuścić w minimalnej objętości roztworu kwasu solnego (1+1). Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości około 100 cm³ i powtórzyć wytrącanie osadu wodorotlenków. Rozpuszczony osad wodorotlenków o objętości 30 ÷ 50 cm³ ogrzać do wrzenia i dalej postępować wg 2 k).

b) Rozpuszczenie żuźla szybowego i konwertorowego. Odważyć 1 g żuźla szybowego lub 0,25 g żuźla konwertorowego do parownicy platynowej, zwilżyć wodą, dodać 20 cm³

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
 Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
 dnia 21 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 15/1978 poz. 67)

roztworu kwasu azotowego (1+1) i około 30 cm³ kwasu fluorowodorowego. Ogrzewać ostrożnie do rozpuszczenia próbki i odparować roztwór do wilgotnej pozostałości. Następnie dodać około 2 cm³ kwasu fluorowodorowego, 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego i odparować do wydzielenia par bezwodnika kwasu siarkowego. Zawartość parownicy ochłodzić, spłukać ścianki parownicy wodą, dodać 1 ÷ 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego, odparować do wilgotnej pozostałości, ochłodzić, dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), ogrzać do rozpuszczenia soli żelaza, przelać do zlewki pojemności 600 cm³ i dalej postępować wg 3a).

4. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

V - objętość roztworu dwuchromianu potasowego użytego do miareczkowania, cm³,

K - miano roztworu dwuchromianu potasowego wyrażone w gramach żelaza na 1 cm³ roztworu,

m - masa próbki, g.

5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości żelaza:

od 0,90	do 5,0%	- 0,20%
powyżej 5,0	do 10,0%	- 0,25%
powyżej 10,0	do 20,0%	- 0,30%
powyżej 20,0	do 30,0%	- 0,35%
powyżej 30,0	do 40,0%	- 0,40%
powyżej 40,0%		- 0,50%

K O N I E C