

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi	0828-08 Arkusz 03
	Oznaczenie zawartości siarki	Grupa katalogowa III 59

1. Zasada oznaczania. Zależnie od rodzaju materiału rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów lub przeprowadzenie siarki w rozpuszczalne siarczany przez spiekanie z tlenkiem cynkowym i węglanem sodowym oraz wagowe oznaczenie w postaci siarczanu barowego.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1, 4).
- b) Brom.
- c) Kwas solny (1, 18) oraz roztwory 2+1 i 5+95.
- d) Mieszanina do spiekania: 3 części bezwodnego węglanu sodowego rozetrzeć w moździerzu agatowym z 2 częściami tlenku cynkowego.
- e) Nadtlenek sodowy.
- f) Czterochlorek sodowy, roztwór 5-procentowy.
- g) Nadtlenek wodoru, roztwór 30-procentowy.
- h) Czterochlorek węgla.
- i) Oranż metalowy, roztwór 0,1-procentowy.
- j) Amoniak (0, 91) i roztwór 5+95.
- k) Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
- l) Roztwór do przemywania: 10 cm³ 10-procentowego roztworu chlorku barowego i 5 cm³ kwasu solnego (1, 18) dopełnić wodą do 1 dm³.
- ł) Kwas siarkowy (1, 83), roztwór 1+1.
- m) Kwas fluorowodorowy (1, 13).

3. Wykonanie oznaczania

a) **Pyły konwertorowe i szybowe.** Odważyć 1 g próbki i zmieszać dokładnie w tyglu porcelanowym z 10 g mieszaniny do spiekania. Powierzchnie przysypać cienką warstwą mieszaniny. Tygiel wstawić 10 ÷ 15 min na brzeg pieca, a następnie ogrzewać przez 1,5 ÷ 2 h w temperaturze 750 ÷ 800°C, aż do otrzymania dobrego spieku. Tygiel ze spiekem umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, dodać 100 ÷ 150 cm³ gorącej wody, ogrzewać do wrzenia często mieszając, aż do całkowitego wyługowania spieku. Tygiel wyjmując, przemyć gorącą wodą i, jeżeli otrzymany roztwór jest zabarwiony, dodać kilka kropli roztworu nadtlenku wodoru. Nierozpuszczalny osad odsączyć przez średni sączek i przemyć gorącym roztworem węglanu sodowego do całkowitego usunięcia jonów siarczanowych. Przesącz zebrać

do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, po ochłodzeniu roztwór dopełnić do kreski i dobrze wymieszać. Pobrać 250 cm³ roztworu do zlewki pojemności 600 cm³ i zakwaszyć roztworem kwasu solnego (1+1) wobec oranżu metylowego, rozcieńczyć wodą do objętości 350 ÷ 400 cm³, optukując wewnętrzne ścianki zlewki, ogrzać do wrzenia w celu całkowitego usunięcia dwutlenku węgla, a następnie za pomocą roztworu amoniaku (5+95) doprowadzić roztwór do pH około 7 (roztwór obojętny) i wprowadzić 5 cm³ roztworu kwasu solnego (2+1). Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać 10 cm³ roztworu chlorku barowego, a następnie pozostawić na kilka godzin. Osad odsączyć przez twardy sączek i przemyć 3 ÷ 5 razy gorącym roztworem do przemywania, a następnie kilkakrotnie gorącą wodą. Sączek z osadem umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu platynowym lub porcelanowym, wysuszyć i ostrożnie spalić w niskiej temperaturze. Następnie wyprażyć w temperaturze 800 ÷ 850°C do uzyskania stałej masy, ochłodzić w ekсыkatorku i zważyć.

b) **Kamień miedziowy.** Odważyć 0,5 g próbki, umieścić w zlewce pojemności 600 cm³, dodać 20 cm³ wody, 5 cm³ czterochlorku węgla i 20 cm³ bromu, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na 30 min, mieszając okresowo. Następnie dodać 10 cm³ kwasu azotowego i ponownie pozostawić na 30 min, mieszając okresowo. Następnie umieścić zlewkę w ciepłym miejscu, stopniowo, ostrożnie ogrzewać aż do usunięcia bromu oraz czterochlorku węgla i odparować do wilgotnej pozostałości. Sflukać ścianki zlewki wodą i odparować do wilgotnej pozostałości. Wprowadzić 5 cm³ roztworu chlorku sodowego i odparować dwukrotnie z 10 cm³ roztworu kwasu solnego (2+1). Następnie dodać 5 cm³ roztworu kwasu solnego (2+1) i 100 cm³ wody, podgrzać do rozpuszczenia soli, dodać amoniaku (0, 91) do wytrącenia wodorotlenków oraz około 5 cm³ nadmiaru w celu przejścia miedzi w rozpuszczalny kompleks amoniakalny. Pozostawić 15 min w temperaturze około 80°C, po czym przesączyć przez miękki sączek do zlewki pojemności 600 cm³, osad przemyć kilkakrotnie gorącym roztworem amoniaku (5+95). Wytrącanie powtórzyć po sputu-

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)

kaniu osadu do zlewki i rozpuszczeniu w jak najmniejszej ilości roztworu kwasu solnego 2+1. Połączone przesącze zobojętnić roztworem kwasu solnego (2+1), aż do zniknięcia niebieskiego zabarwienia i dodać 1 cm³ nadmiaru na każde 100 cm³ roztworu. Roztwór o objętości około 350 ÷ 400 cm³ ogrzać do wrzenia i wytrącić siarkę w postaci siarczanu barowego podobnie jak w poz. a).

c) Żużel szybowy i konwertorowy. 2 g próbki żużla szybowego lub 1 g żużla konwertorowego umieścić w zlewce teflonowej pojemności 500 cm³, dodać 20 cm³ wody, 20 cm³ bromu i 30 cm³ kwasu azotowego. Dalej postępować jak w poz. b). Do wyprażonego i zważonego osadu siarczanu barowego dodać około 5 cm³ kwasu fluorowodorowego oraz 2 krople roztworu kwasu siarkowego (1+1) w celu usunięcia ewentualnie obecnej krzemionki, pozostałość wyprażyć i ponownie zważyć. Z uwagi na bardzo niską zawartość siarki w żużlu szybowym należy prowadzić równolegle dwie ślepe próby.

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

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0,1374 \cdot 100}{m}$$

w którym:

a - masa osadu siarczanu barowego wytrąconego z badanej próbki, g,

b - masa osadu siarczanu barowego wytrąconego ze ślepej próbki, g,

0,1374 - zawartość siarki w 1 g siarczanu barowego,

m - masa próbki odpowiadająca pobranej do analizy części roztworu, g.

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

od 0,10 do 1,0% - 0,05%,

powyżej 1,0 do 5,0% - 0,10%,

powyżej 5,0 do 15,0% - 0,25%,

powyżej 15,0 do 30,0% - 0,25%.

K O N I E C