

<b>HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH</b>	<b>N O R M A B R A N Ź O W A</b>	<b>BN-80</b>
	<b>Metalurgia proszków</b> <b>Oznaczenie części nierozpuszczalnych w kwasach dla proszków żelaza, miedzi, cyny i brązu cynowego</b>	<b>0885-17</b>
		Grupa katalogowa 0359

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody oznaczania w proszkach: żelaza, miedzi, cyny, brązu cynowego i substancji niemetalicznych nierozpuszczalnych w kwasach nieorganicznych.

Substancjami tymi są: nierozpuszczalny w kwasach krzem, krzemiany, węgliki, tlenek glinu i inne żaroodporne tlenki, obecne w surowcach, z których wytworzono proszek lub też wprowadzono je w toku wytwarzania.

**1.2. Zakres stosowania metod.** Metody przeznaczone są do oznaczania części nierozpuszczalnych w kwasach, zawartych w proszkach żelaza, miedzi, stopowego proszku brązu cynowego i mieszanek miedzi z cyną, niezawierających środków poślizgowych.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i wagowe oznaczenie pozostałości.

### 2.2. Aparatura

a) Piec muflowy o zakresie temperatur pracy  $900 \pm 1000^\circ\text{C}$ .

b) Tygielki kwarcowe lub porcelanowe wyprażone do stałej masy w temperaturze  $900 \pm 1000^\circ\text{C}$ , przechowywane w eksykatorze.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) cz.d.a. i roztwory 1+1, 1+25.

b) Kwas azotowy (1,4) cz.d.a. i roztwór 1+1.

c) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

d) Octan amonowy cz.d.a., roztwór 200 g/dm<sup>3</sup>.

e) Tiocyjanian potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

f) Dwuetylotiokarbaminian sodowy cz.d.a., roztwór 4-procentowy.

g) Siarczek sodu lub siarkowodór.

## 2.4. Wykonanie oznaczania

**2.4.1. Wykonanie oznaczania w proszku żelaza.** Odważkę próbki około 5 g umieścić w zlewce. Dodać ostrożnie 100 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+1) i przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Pozostawić w temperaturze pokojowej do zakończenia reakcji (do zaniku wydzielania się wodoru). W przypadku gdy pożądane jest wyłączenie węglików z zawartości części nierozpuszczalnych, należy do użytego kwasu solnego dodać 20 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,4). Podgrzać roztwór do wrzenia, a następnie utrzymywać we wrzeniu około 1 min. Dodać 150 cm<sup>3</sup> wody, ponownie podgrzać do wrzenia oraz utrzymywać we wrzeniu przez około 1 min. Pozostawić roztwór na około 5 min dla ostygnięcia i opadnięcia osadu, a następnie przez średnio twardy sączek przesączyć. Pozostałość na sączku przemywać na przemian gorącą wodą i roztworem kwasu solnego (1+25) do zaniku reakcji na obecność soli żelaza. Całkowitość odcmycia sprawdzić np. za pomocą reakcji z tiocyjanianem sodowym. Sączek z pozostałością umieścić w zważonym tyglu, wysuszyć i spopielić sączek. Prażyć w piecu muflowym w temperaturze  $900 \pm 1000^\circ\text{C}$  do stałej masy. Ostateczne ostygnięcie tygla przed ważeniem powinno nastąpić w eksykatorze. Oznaczyć masę tygla wraz z wyprażoną pozostałością.

**2.4.2. Wykonanie oznaczania w proszkach cyny, miedzi i brązu cynowego.** Odważkę próbki około 5 g umieścić w zlewce. Dodać ostrożnie 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,18) i przykryć szkiełkiem zegarkowym. Postawić zlewkę na brzegu płyty grzejnej i ogrzewać umiarkowanie przez co najmniej 30 min. Zdjąć zlewkę z płyty, lekko ostudzić, dodać ostrożnie 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,4) i czekać na pierwszą reakcję, która następuje nagle po około 10 min. Po zakończeniu reakcji dodać dalsze 50 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,4). Umieścić zlewkę

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 1981 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1980 poz. 50)

na płycie grzejnej, ogrzać roztwór do wrzenia i utrzymywać we wrzeniu, aż objętość jego zmniejszy się do połowy. Jeżeli pozostałość ma zabarwienie czarne, usunąć zlewkę z płyty grzejnej, dodać kilka  $\text{cm}^3$  roztworu nadtlenu wodoru i gotować 2 min. Operację z nadtlakiem wodoru powtarzać aż do zaniku czarnego zabarwienia. Dodać powoli  $50 \text{ cm}^3$  gorącej wody, ponownie ogrzać do wrzenia i utrzymywać we wrzeniu około 1 min. Pozostawić roztwór na około 5 min do ostygnięcia i opadnięcia osadu. Przesączyć roztwór przez średnio twardy sączek i przemyć pozostałość najpierw na gorąco kwasem solnym (1, 18), a następnie wodą. Powatarzać przemywanie wodą do zaniku reakcji na sole miedzi w przypadku miedzi lub brązu cynowego, natomiast w przypadku proszku cyny do zaniku reakcji na sole cyny.

Sprawdzić całkowitą odmycia miedzi za pomocą reakcji np. dwuetylotiokarbaminianem sodowym, a cyny za pomocą reakcji z siarczkiem sodowym lub siarkowodorem. Sączek z pozostałością umieścić w zważonym tyglu, wysuszyć i spopielić sączek. Prażyć w piecu muflowym w temperaturze  $900 \div 1000^\circ\text{C}$  do stałej masy.

Ostateczne ostygnięcie tygla przed ważeniem powinno nastąpić w eksykatorze. Oznaczyć masę tygla z wyprażoną pozostałością.

**2.5. Obliczanie wyników.** Zawartość części nierozpuszczalnych w kwasach ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2 \cdot 100}{m}$$

w którym:

$m_1$  — masa tygla z wyprażoną pozostałością, g,

$m_2$  — masa tygla, g,

$m$  — odważka próbki, g.

Wynik każdego oznaczania obliczyć z dokładnością do 0,01%.

**2.6. Dopuszczalne różnice** między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 10% wartości średniej lub 0,02% wartości bezwzględnej. Podać średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń równoległych zaokrągloną do 0,02% dla zawartości do 0,25% włącznie, a do 0,05% dla wyższych zawartości.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne**  
ISO 4496-1978 Poudres métalliques. Determination de la teneur en insolubles dans les acides pour les poudres de fer, de cuivre, d'étain et de bronze

ZSRR ГОСТ 16412.8-70 Порошок железный. Метод определения содержания нерастворимого остатка

**3. Autorzy projektu normy** — mgr inż. Maria Rażniewska, doc. dr inż. Waclaw Cegielski — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.