UKD 669.28:546.72.062

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH

NORMA BRANŻOWA

Analiza chemiczna molibdenu
Oznaczanie zawartości żelaza

BN-80
0897-01.02
Zamiast BN-65/0897-01
Grupa katalogowa 0359

1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na redukcji jonu żelaza trójwartościowego chlorowodorkiem hydroksyloaminy do postaci jonu żelaza dwuwartościowego i wytworzenia barwnego kompleksu z 1,10-fenantroliną. Powstałe pomarańczowoczerwone zabarwienie fotometruje się przy długości fali 512 nm.

2. Aparatura. Spektrofotometr dla zakresu widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksimum przepuszczalności w zakresie 500 ÷ 520 nm.

3. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina kwasów do rozpuszczania molibdenu: 33,5 cm^3 kwasu azotowego (1,4), 12,5 cm^3 wody, 22 cm^3 kwasu siarkowego (1,8).

b) Woda amoniakalna, roztwór 1+1.

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 5-procentowy, świeżo przygotowany.

d) 1,10-fenantrolina, roztwór 0,2-procentowy w 0,1N kwasie solnym.

e) Amonowy cytrynian II zasadowy, roztwór 40-procentowy.

f) Roztwory wzorcowe żelaza.

Roztwór A. 8,6350 g ałunu żelazowo-amonowego $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$ rozpuścić w wodzie z dodatkiem 5 cm^3 stężonego H_2SO_4 i mieszając rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do objętości 1 dm^3. 1 cm^3 roztworu A zawiera 1 mg żelaza.

Roztwór B. Odmierzyć 25 cm^3 roztworu A do kolby pojemności 500 cm^3 i dopełnić do kreski 0,01N kwasem siarkowym. 1 cm^3 roztworu B zawiera 0,05 mg żelaza.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pojemności 100 cm^3 dodać po 1 cm^3 mieszaniny kwasów, po 10 cm^3 wody i kolejno: 0; 1; 2; 3; 4; 5 i 6 cm^3 wzorcowego roztworu B żelaza, co odpowiada: 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 i 0,30 mg żelaza. Następnie dodać kolejno po 10 cm^3 cytrynianu amonowego i po 5 cm^3 chlorowodorku hydroksyloaminy. Rozcieńczyć wodą do objętości około 50 cm^3 i dodać po 5 cm^3 1,10-fenantroliny. Ogrzewać na łaźni wodnej w temepraturze 60 ÷ 70°C przez 30 min. Oziębić, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Wykonać pomiar absorbancji przy długości fali 512 nm w 1 cm kuwetach w odniesieniu do roztworu ślepej próby. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych absorbancję, a na osi odciętych stężenie żelaza.

5. Wykonanie oznaczania. Odważkę 1 g próbki rozpuścić w 7 cm^3 mieszaniny kwasów. Roztwór odparować do wydzielania się gęstych białych dymów trójtlenku siarki, rozcieńczyć wodą do 15 cm^3, zobojętniać amoniakiem wobec papierka uniwersalnego i dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Równolegle wykonać ślepą próbę. Zawartość żelaza odczytać z krzywej wzorcowej.

6. Obliczenie wyników. Zawartość żelaza (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

w którym:

m_1 — masa żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka próbki, g.

7. Różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczać, przy zawartości żelaza:

od 0,003 do 0,010 — 0,0005%,

powyżej 0,010 do 0,03 — 0,001%.

KONIEC

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego POLAM dnia 31 grudnia 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1981 poz. 26)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1981. Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 0,20 Nakł. 3600 + 55 Zam. 684/81 Cena zł 1,80