Hutnictwo Żelaza i Stali	NORMA BRANŻOWA	BN-69/0602-14
	Analiza chemiczna surówki i stali. Oznaczanie małych zawartości krzemu do 0,10 %	Gr. katal. III 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie małych zawartości krzemu w stalach metodą fotometryczną.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania krzemu w zakresie do 0,10 %.

2. METODA OZNACZANIA

2.1 Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów solnego z azotowym. Wytworzenie z molibdenianem związku zespolonego krzemomolibdenowego i zredukowanie go siarczanem żelazawym w obecności kwasu szczawiowego do błękitu krzemomolibdenowego. Pomiar absorpcji roztworu próbki zabarwionej w stosunku do roztworu porównawczego.

2.2 Aparatura Fotometr lub spektrofotometr z wyposażeniem.

2.3. Odczynniki i roztwory

a/ Mieszanina kwasów do rozpuszczania : do 500 ml wody dodać 125 ml kwasu solnego /1,18/, 45,5 ml kwasu azotowego /1,2/ i rozcieńczyć wodą do 1000 ml.

b/ Molibdenian amonowy, roztwór 2,5 - procentowy.

c/ Kwas szczawiowy, roztwór 5-procentowy.

d/ Siarczan żelazawo-amonowy, roztwór 6-procentowy z dodatkiem 1 ml roztworu kwasu siarkowego /3,5 ml H_2SO_4 rozcieńczyć wodą do 100 ml/.

e/ Wzorcowe roztwory krzemu ·

R o z t w ó r A. 0,4281 g utartej i uprzednio wyprażonej przy 1000°C krzemionki /cz.d.a./ stopić z 5 g bezwodnego węglanu sodowego w tyglu platynowym. Następnie wyługować w 100 ml wody, przesączyć przez sączek z miazgą. Sączek przemyć 1-procentowym roztworem węglanu sodowego i roztwór rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml do kreski. 1 ml roztworu A zawiera 0,0002 g krzemu.

R o z t w ó r B. 25 ml roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml i uzupełnić wodą do kreski.

1 ml roztworu B zawiera 0,000005 g krzemu

Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed wykreśleniem krzywej wzorcowej.

f/ Siarczan żelazawy uwodniony bez krzemu. Wszystkie używane odczynniki powinny mieć stopień czystości cz.d.a. Do przygotowania roztworów i podczas wykonania oznaczania używać wody dwukrotnie destylowanej.

Roztwory należy przygotować w dniu użycia.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej W 10 kolbach pomiarowych pojemności 250 ml rozpuścić powoli ogrzewając po 1,24 g siarczanu żelazawego w 50 ml mieszaniny kwasów. Do każdej kolby dodać kolejno po 0,5,10,15,20,25,30,35,40,45,50 ml wzorcowego roztworu B krzemu, co odpowiada 0,00; 0,01; 0,02, 0,03; 0,04; 0,05, 0,06, 0,07, 0,08, 0,09, 0,10 % Si. Następnie gotować 2 minuty w celu wypędzenia tlenków azotu, ochłodzić i rozcieńczyć wodą do kreski.

Instytut Metalurgii Żelaza
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali Zarządzeniem Nr. 58/69 z dnia 31.XII.1969 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań chemicznych od dnia 1 4 1970 r

DRUK ZD W INŻ GLIWICE ZUS-72/70 NAKŁAD 200 Cena 3 50 zł.

Z przygotowanych roztworów odmierzyć pipetą dwie porcje po 20 ml do kolb pomiarowych pojemnosci 50 ml i postępować dalej jak w p. 2.5. Na podstawie uzyskanych odczytów absorpcji i wyliczonych zawartości krzemu w gramach wykreślić krzywą wzorcową.

2.5. Wykonanie oznaczania 0,250 g próbki odważyć z dokładnością do 0,0002 g do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i powoli ogrzewając rozpuścić w 50 ml mieszaniny kwasów. Po rozpuszczeniu gotować dwie minuty w celu wydzielenia tlenków azotu, następnie ostudzić i rozcienczyć wodą do kreski. Z przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą dwie porcje po 20 ml do kolb pomiarowych pojemności 50 ml i dodać

d o r o z t w o r u b a r w i o n e g o 10 ml roztworu molibdenianu amonowego, wymieszać i pozostawić przez 20 minut Następnie dodać 10 ml roztworu kwasu szczawiowego, wymieszać i pozostawić dokładnie przez 5 minut. Dodać 5 ml roztworu siarczanu żelazawo-amonowego, rozcienczyć do kreski i wymieszać Temperatura zabarwionych roztworów powinna wynosić 20°C±3

d o r o z t w o r u p o r ó w n a w c z e g o 10 ml kwasu szczawiowego, wymieszać i pozostawić przez 15 minut. Następnie dodać 10 ml roztworu molibdenianu amonowego, po 5 minutach 5 ml roztworu siarczanu żelazawo-amonowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Po 10 minutach od przygotowania roztworu zmierzyć absorpcję roztworu zabarwionego w odniesieniu do roztworu porównawczego na fotometrze w kuwecie 5 cm przy długości fali od 720 do 810 nm. Przy odczytach na fotometrze Pulfricha stosować filtr S72 i lampę wolframową. Równocześnie z analizą badanej próbki wykonać ślepą próbę przeprowadzając przez wszystkie stadia analizy takie same ilości odczynników lecz bez badanej próbki. Wartość ślepej próby uwzględnić w końcowych obliczeniach na zawartość krzemu.

Zawartość krzemu obliczyć w procentach wg wzoru :

$$X = \frac{b \cdot 100}{a}$$

w którym

b - zawartość krzemu odczytana z krzywej wzorcowej, g

a - odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

2.6. Wynik Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczeń w ktorych dopuszczalna różnica nie powinna przekraczać ± 0,002 % Si

- K O N I E C -