Hutnictwo Żelaza i Stali	NORMA BRANŻOWA	BN-70/0602-15
	Analiza chemiczna stali Oznaczanie cyrkonu.	
		Gr. kat.III 09

1. WSTĘP

1 1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie cyrkonu w stali metodą fotometryczną

1.2 Zakres stosowania metody - powyżej 0,003% do 0,40% Zr

2. METODA OZNACZANIA

2.1 Zasada oznaczania. Stapianie próbki z nadtlenkiem sodowym w tyglu niklowym. Wyługowanie stopu w wodzie i odsączenie wodorotlenków w celu oddzielenia fosforu oraz chromu i innych pierwiastów od cyrkonu. Rozpuszczenie osadu w kwasie solnym i ponowne wytrącenie wodorotlenków amoniakiem w celu oddzielenia niklu. Rozpuszczenie osadu w kwasie solnym 2,5N i zredukowanie żelaza III wartościowego kwasem tioglikolowym.

Wytworzenie barwnego kompleksu cyrkonu z oranżem ksylenolowym i pomiar absorpcji.

2.2. Aparatura

a/ Fotometr Pulfricha z przystawką Elpho-2 lub przyrząd podobnego typu.

b/ Lampa wolframowa.

c/ Filtr S-53.

d/ Kuwety 2 cm.

2.3. Odczynniki i roztwory. Jeżeli nie podano inaczej należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. Do sporządzania roztworów i w toku analizy stosować wodę destylowaną

a/ Nadtlenek sodowy.

b/ Kwas solny /1, 18/, roztwory: 1+10 i 2,5N.

c/ Amoniak /0,91/.

d/ Kwas tioglikolowy /97%/ cz, roztwór /1+5/.

e/ Wersenian dwusodowy /EDTA/, roztwór wodny 0,05m /18,6g/l/.

f/ Oranż ksylenolowy /produkcji POCH - Polska/ - roztwór wodny 0,04%, świeżo przygotowany.

g/ Roztwór wzorca stali 34HMN do wykreślenia krzywej wzorcowej: 1,0g wzorca stali 34HMN stopić z 20g nadtlenku sodowego w tyglu niklowym.

Po wyługowaniu stopu w wodzie osad przesączyć, rozpuścić w roztworze kwasu solnego /1+19/ i powtórzyć wytrącanie wodorotlenków amoniakiem, w celu oddzielenia niklu. Wytrącony osad wodorotlenków rozpuścić w 2,5N kwasie solnym, zbierając roztwór do kolby pomiarowej pojemności 200ml. Zawartość kolby po ostudzeniu uzupełnić do kreski 2,5N kwasem solnym i wymieszać /stapianie próbki, wytrącanie wodorotlenków itd. wykonać wg 2.5./.

h/ Roztwory wzorcowe cyrkonu:

R o z t w ó r A: 1,35g tlenochlorku cyrkonu cz.d.a. umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000ml, rozpuścić w 2,5N roztworze kwasu solnego i uzupełnić kolbę do kreski tymże kwasem. 1ml roztworu zawiera około 0,4 mg Zr.

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem Nr 46/70 z dnia 22.X.1970 r. jako norma obowiązująca w zakresie badań od dnia 1.IV.1971 r.

Druk ZD w IMŻ Gliwice zam.821/70.n.300+20

Cena 6 - zł.

S p r a w d z a n i e z a w a r t o s c i c y r k o n u w r o z t w o r z e A :
100ml roztworu A umieścić w zlewce pojemności 600ml, podgrzać do temperatury około 70°C, zobojętnić amoniakiem /0,91/ do pojawienia się białego osadu i dodać 2ml amoniaku w nadmiarze. Po upływie 1 godz, roztwór przesączyć przez sredni sączek przemywając osad roztworem amoniaku /5 + 95/. Po dokładnym przemyciu sączek wraz z osadem umieścic w tyglu platynowym uprzednio wyprażonym i wyważonym. Sączek spalic, osad wyprażyć w temperaturze 900°C i po oziębieniu zważyć.
Zawartość cyrkonu /X/ w roztworze obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 0,7403}{100} \quad \frac{mg}{ml}$$

a - masa osadu ZrO_2,mg,

0,7403 - współczynnik przeliczenia z ZrO_2 na Zr

R o z t w ó r B : odpowiednią ilosc roztworu A zawierającą 1mg Zr /2,5ml/ umiescić w kolbie pomiarowej pojemnosci 100ml, uzupełnić do kreski roztworem g/ otrzymanym ze stopnia stali 34HMN i wymieszac 1 ml roztworu zawiera 0,010 mg Zr.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej Do 6 kolb pomiarowych pojemności 50ml odmierzyć mikrobiuretą: 0, 1,0, 3,0, 5,0, 7,0 i 10ml wzorcowego roztworu B i uzupełnić do objętosci 20ml roztworem wg 2.3 g/. Następnie dodać do kolbek po 10ml roztworu kwasu tioglikolowego /1+5/.
Po upływie 5 min do roztworu porównawczego, nie zawierającego wzorcowego r o z t w o r u B /0 ml/ dodać 1ml roztworu EDTA, a następnie do wszystkich kolb dodać 5 ml roztworu oranżu ksylenolowego, uzupełnić kolby pomiarowe wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 15 min zmierzyc absorpcję roztworów w kuwetach 2 cm przy użyciu filtra S-53.
Na podstawie otrzymanych wartości absorpcji wykreślić krzywą wzorcową.

2.5. Wykonanie oznaczania. 0,5g próbki stali w postaci wiórek o grubości około 0,3mm i szerokosci 1mm, przygotowanych przy pomocy freza, umieścić w tyglu niklowym zawierającym około 10g nadtlenku sodowego.
Całość wymieszać, nakryć przykrywką niklową i stapiać początkowo nad małym płomieniem w temperaturze około 400°C do chwili otrzymania stanu ciekłego. Następnie temperaturę podwyższyć do uzyskania czerwonego żaru stopionej masy i całość utrzymywać w tej temperaturze w ciągu 10 min. W czasie stapiania zawartość tygla kilkakrotnie wymieszać.
Ostudzony tygiel umieścić w zlewce pojemnosci 600ml i stop wyługować w 400ml wody Po wyługowaniu wyjąć tygiel i wymyć go dobrze wodą. Do zlewki dodać 0,5g nadtlenku sodowego i całość gotować około 10min. Roztwór po opadnięciu osadu przesączyć przez sączek sredni i przemyć kilkakrotnie gorącą wodą.
Następnie osad na sączku rozpuścić gorącym roztworem kwasu solnego /1+10/, zbierając roztwór do zlewki, w której przeprowadzono ługowanie. Otrzymany roztwór zobojętnić amoniakiem /0,91/ do pojawienia się osadu i dodać 20ml nadmiaru. Całość zagotować i odstawić do opadnięcia osadu, poczym przesączyć przez sączek miękki i osad kilkakrotnie przemyć wodą z dodatkiem amoniaku /1+100/. Osad rozpuścić w gorącym 2,5N kwasie solnym zbierając roztwór kolby pomiarowej pojemności 100ml. Kolbę po ostudzeniu dopełnić do kreski 2,5N kwasem solnym i dobrze wymieszać.
Z tak przygotowanego roztworu odebrać do dwóch kolb pomiarowych pojemności 50ml odpowiednie ilosci próbki badanej w zależnosci od zawartości cyrkonu wg niżej zamieszczonej tablicy.

Zawartość cyrkonu,%	odebrać do zabarwienia	uzupełnić 2,5N HCl	ilość próbki w g odebrana do zabarwienia
od 0,003 do 0,10	20ml	-	0,1 g
powyżej 0,10 do 0,20	10ml	10ml	0,05 g
powyżej 0,20 do 0,40	5ml	15ml	0,025g

Następnie do kolby A dodać 10ml kwasu tioglikolowego i po upływie 5 min dodać 5ml roztworu oranżu ksylenolowego, uzupełnić kolbę pomiarową do kreski wodą i wymieszać.
Do kolby pomiarowej B dodać 10ml kwasu tioglikolowego, po upływie 5 min 1ml roztworu EDTA, 5ml oranżu ksylenolowego, uzupełnić kolbę do kreski wodą i wymieszać.
Roztwór w kolbie pomiarowej B służy jako roztwór porównawczy. Po upływie 15 min zmierzyć absorpcję na fotometrze, odczytując wynik z krzywej wzorcowej.

2.6 Obliczanie wyników. Gdy do zabarwienia odebrano 20ml /0,1g badanej próbki/, procentową zawartość cyrkonu odczytać bezpośrednio z krzywej wzorcowej, w oparciu o zmierzone ekstynkcje badanych roztworów.
W przypadku, gdy do zabarwienia odebrano 10ml /0,05g badanej próbki/ odczytany Zr% z krzywej wzorcowej pomnożyć razy dwa, gdy odebrano 5ml /0,025g badanej próbki/ odczytany Zr% z krzywej wzorcowej pomnożyć razy cztery.

2.7 Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczać przy zawartości cyrkonu:

od	0,003	do	0,01% Zr	- 0,001%,
powyżej	0,01	do	0,05% %	- 0,002%,
"	0,05	do	0,10% "	- 0,005%,
"	0,10	do	0,40% "	- 0,007%.

2.8. Wynik. Za wynik przyjąć srednią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczań zgodnych z 2.7.-

- K O N I E C -