

Hutnictwo Żelaza i Stali	Norma Branżowa	BN-70/0602-17
	Analiza chemiczna stali. Oznaczenie zawartości cynku	
	Gr.kat.III 09	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest polarograficzna metoda oznaczania cynku w czystym żelazie, stalach węglowych i stopowych

1.2 Zakres zastosowania. Metoda obowiązuje przy oznaczaniu cynku w zakresie zawartości od 0,0005% i 0,010%.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i azotowym, oddzielenie żelaza na drodze ekstrakcji octanem izobutylovym, redukcja resztek trójwartościowych jonów żelaza kwasem askorbinowym, ekstrakcja chloroformem kompleksu cynku z dwuantypirylometanem ze środowiska kwasu solnego, reekstrakcja chlorku cynku za pomocą wody i pomiar polarograficzny w środowisku chlorku amonu i amoniaku z dodatkiem siarczynu sodowego i żelatyny, w zakresie potencjałów od minus 0,9 V do minus 1,2 V względem wewnętrznej anody rtęciowej.

2.2 Aparatura Polarograf z pełnym wyposażeniem

2.3 Odczynniki i roztwory Stosowane odczynniki i woda powinny być wolne od jonów cynku

a/ Kwas solny /1,18/ spektralnie czysty, roztwory 1+1, 2 +5,

b/ Kwas azotowy /1,4/ spektralnie czysty

c/ Kwas siarkowy /1,83/ cz.d.a.

d/ Kwas nadchlorowy /1,54/ cz d a.

e/ Nadtlenek wodoru 30%, cz.d a.

f/ Amoniak /0,91/ cz d a.

g/ Siarczyn sodowy, cz d.a. roztwór nasycony

h/ Octan izobutylovyy cz.

i/ Chloroform cz.

j/ Dwuantypirylometan cz., roztwór 2 g w 100 ml chloroformu

k/ Kwas askorbinowy cz., krystaliczny

l/ Żelatyna cz.d a., roztwór 0,5-procentowy

m/ Roztwór podstawowy: Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml wlać 33 ml stężonego amoniaku, 9 ml nasyconego roztworu siarczynu sodowego i 2 ml roztworu żelatyny, uzupełnić wodą do kreski

n/ Roztwór wzorcowy cynku A 0,1000 g cynku metalicznego o czystości nie niższej niż 99,9% rozpuścić w 15 ml kwasu solnego /1+1/, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l. i dopełnić wodą do kreski. 1 ml roztworu A zawiera 0,1 mg cynku Roztwór A można przechowywać w ciągu 3 miesięcy w zamkniętym pojemniku polietylenowym

Roztwór wzorcowy cynku B Do kolby pomiarowej pojemności 1 l. odmierzyć pipetą 100 ml roztworu wzorcowego A i uzupełnić wodą do kreski

Roztwór B sporządzać bezpośrednio przed użyciem 1 ml roztworu B zawiera 0,01 mg cynku.

Instytut Metalurgii Żelaza

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutn. Żelaza i Stali zarządź Nr 53/70
z dnia 25.XI.70r jako norma obowiązująca w zakresie badań od dnia 1.IV 1971 r.

2.4. Wykonanie oznaczania

2 g próbki odważone z dokładnością $\pm 0,0002$ g umieścić w zlewce pojemności 250 ml, dodać 25 ml kwasu solnego /1,18/ i 5 ml kwasu azotowego /1,4/, po rozpuszczeniu próbki zawartość zlewki odparować do objętości około 10 ml. Następnie dodać 10 ml stężonego kwasu solnego, przelać roztwór do rozdzielacza pojemności 250 ml, opłukać zlewkę dwiema porcjami po 5 ml stężonego kwasu solnego i dołączyć do roztworu w rozdzielaczu.

Dodać 100 ml octanu izobutylowego i wytrząsać w ciągu 30 sekund. Po rozdzieleniu się faz warstwę wodną spuścić do zlewki pojemności 250 ml i odparować do sucha. Do pozostałości dodać 1 ml wody utlenionej, odparować, dodać 5 ml stężonego kwasu solnego i ponownie odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w kwasie solnym /2+5/ i przenieść do rozdzielacza pojemności 100 ml.

Sumaryczna objętość kwasu solnego /2+5/ użytego do rozpuszczenia pozostałości i przemycia zlewki przy przenoszeniu do rozdzielacza nie powinna przekraczać 40 ml. Dodać do roztworu w rozdzielaczu około 0,5 g kwasu askorbinowego i po całkowitym rozpuszczeniu ekstrahować cynk kolejno 3 porcjami po 20 ml roztworu dwuantypirylometanu w chloroformie wytrząsając w ciągu 1,5 do 2 minut. Ekstrakty chloroformowe zbierać w rozdzielaczu pojemności 250 ml. Połączone ekstrakty chloroformowe przemyć 10 ml kwasu solnego /2+5/, warstwę wodną odrzucić.

Następnie reekstrahować dwiema porcjami po 30 ml wody. Ekstrakty wodne zebrać w zlewce pojemności 150 ml i odparować do sucha.

W celu zmineralizowania zanieczyszczeń organicznych do pozostałości dodać 1 ml kwasu siarkowego i 1 ml kwasu nadchlorowego. Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do momentu, kiedy kropla kondensatu na szkiełku zegarkowym stanie się bezbarwna i klarowna. Następnie zdjąć szkiełko zegarkowe i odparować zawartość zlewki do zaniku dymów kwasu siarkowego. Po ochłodzeniu pozostałość rozpuścić w 1 ml kwasu solnego /1+1/ odmierzonym pipetą i dodać 9 ml roztworu podstawowego odmierzonym pipetą. Wykonać pomiar polarograficzny w zakresie potencjałów od minus 0,9 V do minus 1,2 V względem wewnętrznej anody rtęciowej.

Równoległe z analizą próbki przeprowadzić przez wszystkie stadia analizy odmierzoną objętość roztworu wzorcowego B. Ilość cynku w odmierzonej objętości roztworu B powinna być zbliżona do spodziewanej zawartości cynku w próbce badanej. Ponadto taką samą objętość roztworu wzorcowego B odparować do sucha w zlewce pojemności 50 ml, pozostałość rozpuścić w 1 ml kwasu solnego /1+1/ dodać 9 ml roztworu podstawowego i przeprowadzić pomiar polarograficzny.

2.5. Obliczanie wyników

Zawartość cynku obliczyć według wzoru:

$$\%Zn = \frac{b / h_1 - h_2 + h_3}{ah_3} \cdot 100$$

w którym:

a - odważka próbki, g

b - masa cynku zawartego w odmierzonej objętości roztworu wzorcowego B, g

h_1 - wysokość fali polarograficznej badanej próbki, mm

h_2 - wysokość fali polarograficznej wzorca przeprowadzonego przez wszystkie stadia analizy, mm

h_3 - wysokość fali polarograficznej wzorca nie przeprowadzanego przez wszystkie stadia analizy, mm

2.6 Wynik Za wynik przyjęć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza następujących wartości:

Przy zawartości cynku

powyżej 0,0005% do 0,002% - 0,0002%

powyżej 0,002% do 0,010% - 0,0005%