

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86/0682-07
	Analiza chemiczna surowców i węglików spiekanych Oznaczanie zawartości żelaza metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej	Zamiaet BN-78/0682-07
		Grupa katalogowa 0359

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości żelaza metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej w surowcach, mieszkankach węglików metali wysokotopliwych z metalem wiążącym i wyrobach finalnych z węglików spiekanych

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę można stosować do oznaczania zawartości żelaza w zakresie od 0,001 do 0,50 %

2. WYTYCZNE OGÓLNE

Przy przygotowywaniu próbek analitycznych i przeprowadzaniu analizy należy stosować ogólne wytyczne wg PN-86/H-04240/00 i PN-80/H-04042

3. ZASADA OZNACZANIA

Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów i pomiar absorpcji roztworu przy długości fali 248,3-nm.

4. APARATURA

- a/ Spektrometr do absorpcji atomowej, przystosowany do pracy z płomieniem acetylen-powietrze
- b/ Lampa z katodą węglową dla żelaza
- c/ Butla ze sprężonym acetylenem
- d/ Kompresor powietrzny lub inne źródło dostawy powietrza sprężonego
- e/ Zlewka teflonowa pojemności 150 cm³ z przykrywką
- f/ Kolba pomiarowa polipropylenowa pojemności 100 cm³

5. ODCZYNNIKI I ROZTWORY

- a/ Mieszanina kwasów do rozpuszczenia: 600 cm³ wody, 200 cm³ kwasu fluorowodorowego /1,12/, 200 cm³ kwasu azotowego /1,4/, wymieszać
- b/ Fluorek amonowy, roztwór 10%
- c/ Chlorek cezowy, roztwór 1%
- d/ Węglík wolframu nie zawierający żelaza
- e/ Roztwory wzorcowe żelaza

Roztwór A: 1,000 g żelaza o zawartości minimum 99,95% Fe w postaci wiórków, umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 25 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/, przemieścić roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg żelaza

Huta Baildon

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem nr 22/86

z dnia 1986.10.09, jako norma obowiązująca od dnia 1987.10.01 /Dz. Norm i Miar

nr poz. /

Od 60.

Roztwór B: 100 cm³ roztworu A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać

1 cm³ roztworu B zawiera 0,1 mg żelaza

Roztwór C: 100 cm³ roztworu B odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać

1 cm³ roztworu C zawiera 0,01 mg żelaza

6. WYKONANIE OZNACZANIA

6.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej

a/ dla zawartości żelaza od 0,001 do 0,05 %

Do 8 zlewek teflonowych odważyć po 1,000 g węgliku wolframowego i dodać po 20 cm³ wody i po 20 cm³ mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na łaźni wodnej lub płycie ogrzanej do temperatury 100°C

Po całkowitym rozpuszczeniu próbek roztwory ochłodzić i odmierzyć kolejno do pięciu zlewek: 0,0; 1,0; 3,0; 5,0; 10,0 cm³ roztworu wzorcowego C, a do następnych 2,0; 3,0; 5,0 cm³ roztworu wzorcowego B. Następnie do każdej zlewki dodać po 10 cm³ fluorku amonowego, po 10 cm³ chlorku cesowego i przenieść roztwory do kolby pomiarowych polipropylenowych, pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej postępować zgodnie z punktem 6.2

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową

b/ dla zawartości żelaza od 0,04 do 0,5%

Do 8 zlewek teflonowych odważyć po 1 000 g węgliku wolframowego i dodać po 20 cm³ wody i po 20 cm³ mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na łaźni wodnej, lub płycie ogrzanej do temperatury 100°C. Po całkowitym rozpuszczeniu próbek roztwory ochłodzić i odmierzyć kolejno: do pięciu zlewek: 0,0; 4,0; 8,0; 10,0; 25,0 cm³ roztworu wzorcowego B, a do następnych 3,0; 4,0; 5,0 cm³ roztworu wzorcowego A. Następnie do każdej zlewki dodać po 10 cm³ fluorku amonowego, po 10 cm³ chlorku cesowego i przenieść roztwory do kolb pomiarowych polipropylenowych pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej postępować zgodnie z punktem 6.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową

6.2. Przebieg analizy

Odważyć 1,0 g próbki do zlewki teflonowej, dodać 20 cm³ wody i 20 cm³ mieszaniny kwasów do rozpuszczenia: przekryć zlewkę przykrywką teflonową i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 100°C lub łaźni wodnej. Po całkowitym rozpuszczeniu próbki roztwór ochłodzić, dodać 10 cm³ fluorku amonowego, 10 cm³ chlorku cesowego i przenieść do kolby pomiarowej polipropylenowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Równocześnie z próbką badaną wykonać próbę kontrolną na czystość odczynników /próba ślepa/. Pomiar absorpcji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 248,3 nm, przy ustalonych optymalnych warunkach dotyczących szerokości szczeliny, wysokości palnika oraz przepływu acetylenu i powietrza.

7. OBLICZANIE WYNIKÓW

Zawartość żelaza /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{I_0 - c_1}{m \cdot 10^4} \cdot V, \text{ w którym}$$

- c - stężenie żelaza w roztworze analizowanej próbki, odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm³,
- c₁ - stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze ślepej próby, odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm³,
- V - objętość analizowanego roztworu próbki, cm³
- m - masa odważki próbki analizowanej lub odpowiadająca części roztworu próbki pobranej do oznaczenia, g

8. DOPUSZCZALNA RÓŻNICA MIĘDZY
WYNIKAMI

Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości żelaza:

od 0,001 do 0,050% --- 0,0005%,
powyżej 0,050 do 0,50% --- 0,005%

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE DO BN-86/0682-07

1. Instytucja opracowująca normę - Huta Baildon

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/0682-07

- a/ zmieniono sposób przygotowania próbek do badań wg ISO 7627/3,
- b/ zmieniono sposób przygotowania roztworów wzorcowych,
- c/ zmieniono wzór dotyczący obliczania wyników wg ISO 7627/3

3. Normy związane

PN-78/H-04240/00 - Analiza chemiczna węglików. Wytyczne ogólne

PN-80/H-04042 - Analiza chemiczna surowców i wyrobów hutniczych.

Zasady stosowania atomowej spektrometrii absorpcyjnej

4. Dokumenty międzynarodowe:

ISO 7627/3 Analiza chemiczna metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

Część 3. Oznaczanie kobaltu, żelaza, manganu i niklu od 0,01 do 0,5% /m/m/

Stopień zgodności z ISO - niecałkowicie zgodne

5. Projekt normy przygotowały:

mgr inż. Z. Kościelniak - Huta Baildon - Katowice

inż. D. Lorkiewicz - Huta Baildon - Katowice

inż. B. Michałowska - Huta Baildon - Katowice