

Hutnictwo Żelaza i Stali	NORMA BRANŻOWA	BN-71/0602-19
	Analiza chemiczna stali. Oznaczanie zawartości cyny.	
		Gr.kat. III o9

1. WSTĘP

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

1.2. Zakres stosowania. Metoda obowiązuje przy oznaczaniu cyny w zakresie zawartości od 0,002% do 0,05%.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym ekstrakcja benzenem jodkowego kompleksu cyny, reekstrakcja cyny wodą, przeprowadzenie w azotan i pomiar polarograficzny w elektrolicie podstawowym kwas szczawiowy - szczawian amonowy błękit metylenowy w zakresie potencjałów od minus 0,7V do minus 1,3V.

2.2. Aparatura. Polarograf z pełnym wyposażeniem.

2.3. Odczynniki i roztwory.

- a/ Kwas siarkowy /1,83/, roztwory: 1+1, 1+3,
- b/ Kwas azotowy /1,4/,
- c/ Kwas fluorowodorowy /1,13/,
- d/ Nadtlenek wodoru 30-procentowy
- e/ Benzen cz.
- f/ Siarczyn sodowy bezwodny, krystaliczny,
- g/ Jodek potasowy, roztwór: 16,60g KJ rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć do objętości 100 cm³,
- h/ Elektrolit podstawowy: rozpuścić na gorąco 14,21g szczawianu amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ w około 300 cm³ wody, oddzielnie rozpuścić na gorąco 31,51 g kwasu szczawiowego $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ w około 300 cm³ wody, oba roztwory zmieszać i po ostudzeniu uzupełnić wodą do objętości 1 dm³,
- i/ Błękit metylenowy, roztwór wodny 0,15-procentowy
- j/ Roztwór wzorcowy cyny: 0,1000g cyny metalicznej o czystości nie niższej niż 99,99% rozpuścić na gorąco w 50 cm³ roztworu kwasu siarkowego /1+1/ i po ostudzeniu uzupełnić roztworem kwasu siarkowego /1+1/ do objętości 1 dm³. 1 cm³ roztworu zawiera 0,1 mg cyny.

Wszystkie stosowane odczynniki powinny mieć stopień czystości cz.d.a. Do sporządzania roztworów i w przebiegu analizy stosować wodę destylowaną.

2.4. Wykonanie oznaczania. W zależności od zawartości cyny w badanej stali odważyć próbkę o masie podanej w tablicy.

Zawartość cyny, %	masa próbki, g
od 0,002 do 0,01	1
powyżej 0,01 do 0,03	0,05
powyżej 0,03 do 0,05	0,25

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali Zarządzeniem Nr 12/71 z dnia 17.03.1971 r. jako norma obowiązująca w zakresie badań rozjemczych od dnia 1.07.71 r. /Mon.Pol.Nr. poz...../

Próbkę rozpuścić na gorąco w 50 cm³ roztworu kwasu siarkowego /1+3/ w zlewce pojemności 150 cm³. Po rozpuszczeniu dodać kilkanaście kropel nadtlenu wodoru w celu rozłożenia węglików i odparować do objętości około 40 cm³. Jeżeli próbka zawiera powyżej 0,8% krzemu, w trakcie rozpuszczania dodać 3+10 kropli kwasu fluorowodorowego.

Roztwór ochłodzić i przenieść do rozdzielacza pojemności 250 cm³. Objętość roztworu kwasu siarkowego /1+3/ zużytego do popłukania zlewki nie powinna przekraczać 10 cm³. Do roztworu w rozdzielaczu dodać około 1g siarczynu sodowego, wymieszać. Następnie dodać 6 cm³ roztworu jodku potasowego.

Po upływie 1+1,5 min dodać 60 cm³ benzenu i wytrząsać przez 1,5-2 min. Po rozdzieleniu się warstw fazę dolną /wodną/ odrzucić. Fazę organiczną przemyć dwiema porcjami po 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego /1+3/ wytrząsając w ciągu kilkunastu sekund. Cynę reekstrahować dwiema 25 cm³ porcjami wody wytrząsając po pół minuty. Warstwy wodne spuścić do zlewki pojemności 150 cm³, dodać 10 cm³ kwasu azotowego i odparować do sucha. Do pozostałości dodać około 4 cm³ elektrolitu podstawowego, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym, ogrzać do wrzenia i natychmiast ochłodzić.

Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 10 cm³, dodać 0,3 cm³ roztworu błękitu metylenowego, zlewkę popłukać elektrolitem podstawowym, dołączyć do roztworu w kolbie i uzupełnić do kreski elektrolitem podstawowym.

Roztwór z kolby przelać do naczynka polarograficznego i przedmuchiwać dwutlenkiem węgla, azotem lub wodorem przez 3+5 minut.

Wykonać pomiar polarograficzny w zakresie potencjałów od minus 0,7V do minus 1,3V względem wewnętrznej anody rtęciowej.

Równolegle z analizą próbki przeprowadzić przez wszystkie stadia analizy odmierzoną objętość roztworu wzorcowego cyny. Ilość cyny w odmierzonej objętości roztworu wzorcowego powinna być zbliżona do spodziewanej zawartości cyny w badanej próbce.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość cyny /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b \cdot h_1}{h_2 \cdot a} \cdot 100$$

w którym:

- a - odważka próbki, g,
- b - masa cyny zawartej w odmierzonej objętości roztworu wzorcowego, g,
- h₁ - wysokość fali polarograficznej badanej próbki, mm,
- h₂ - wysokość fali polarograficznej roztworu wzorcowego przeprowadzonego przez wszystkie stadia analizy, mm.

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

przy zawartości cyny,

- od 0,002 do 0,01% - 0,0006%,
- powyżej 0,01 do 0,02% - 0,002%,
- powyżej 0,02 do 0,05% - 0,003%.

K O N I E C