

CHEMICKÝ ROZBOR

OCELÁŘSKÉ STRUSKY

Část 7: Stanovení oxidu manganatého

ve vzorcích neobsahujících fluor

ČSN 72 2041-7

Chemical analysis of steel-making slag. Determination of manganese (II) oxide content in samples free of fluorine

Analyse chimique du laitier. Dosage du manganese dans les étalons sans fluor

Chemische Analyse von Stahlschlacke. Bestimmung von Mangan (II) oxid in fluorfreien Proben

Tato norma určuje spektrofotometrickou metodu pro stanovení oxidu manganatého.

Při provádění rozboru musí být dodrženy všeobecné požadavky stanovené v ČSN 72 2041-1.

1 Podstata metody

Z alikvotního podílu zásobního roztoku po oddělení kyseliny křemičité a chrómu se vytěsňuje kyselina chlorovodíková odpařením s kyselinou dusičnou a sírovou. Pak se oxidují manganaté soli jodistanem draselným na manganistan a intenzita zbarvení roztoku se měří spektrofotometricky při vlnové délce 525 nm. Vliv přítomnosti železitých solí se odstraní stíněním kyselinou orthofosforečnou.

2 Přístroj

Spektrofotometr s příslušenstvím.

3 Činidla a roztoky

3. 1 Kyselina sírová, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$, roztok (1 + 1).

3. 2 Kyselina dusičná, $\rho = 1,40 \text{ g/cm}^3$.

3. 3 Kyselina orthofosforečná, $\rho = 1,70 \text{ g/cm}^3$.

3. 4 Peroxid vodíku 30% (m/m).

3. 5 Jodistan draselný.

3. 6 Manganistan draselný nebo mangan kovový, minimálně 99,95 %, v případě potřeby přečištěný následujícím způsobem:

do kádinky na 400 cm³ se připraví 10 g manganu, přidá se směs 50 cm³ vody a 5 cm³ kyseliny dusičné a nechá se působit několik minut, dokud povrch kovu není lesklý. Roztok se odleje, kov se 6krát promyje vodou, pak acetonem a po dokonalém vyprchání par acetonu se suší 10 min při teplotě 100 °C.

3. 7 Standardní roztok manganu

Příprava z manganistanu draselného: 0, 445 6 g KMnO_4 se rozpustí ve 200 cm^3 vody, roztok se okyselí 10 cm^3 roztoku kyseliny sírové, zahřeje se na 60 až 80 °C a manganistan se redukuje na sůl manganatou potřebným množstvím peroxidu vodíku, který se přidává po kapkách do odbarvení roztoku. Nadbytek peroxidu se odstraní varem. Po ochlazení se roztok převede do odměrné baňky na 1000 cm^3 , doplní se vodou po značku a promíchá se.

1 cm^3 roztoku obsahuje 0, 2 mg oxidu manganatého.

Federální úřad pro normalizaci a měření

30876