

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-82
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi	0828-08.04
	Oznaczanie zawartości ołowiu	Zamiast BN-78/0828-08.04
		Grupa katalogowa 0359

1. METODA KOMPLEKSOMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, wydzielenie siarczanu ołowiawego, rozpuszczenie siarczanu ołowiawego w octanie amonowym i kompleksometryczne miareczkowanie oranżu ksylenolowego.

1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18).
- b) Kwas azotowy (1,4) i roztwory: 1+1 i 1+3.
- c) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1 i 2+98.
- d) Octan amonowy, roztwór 20-procentowy zakwaszony kwasem octowym do pH 5,4 ÷ 5,9.
- e) Trójetanoloamina, roztwór 10-procentowy.
- f) Oranż ksylenolowy, mieszanina z azotanem potasowym w stosunku 1+100.
- g) Sól dwusodowa kwasu etyleno-dwuaminoczworoctowego (EDTA), roztwór 0,03M: 11,17 g odczynnika rozpuścić w wodzie, rozcieńczyć do objętości 1000 cm³ i wymieszać.

Nastawienie miana roztworu EDTA: 0,1 ÷ 0,2 g ołowiu umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), odparować do wilgotnej pozostałości, następnie rozpuścić w 30 cm³ roztworu octanu amonowego, rozcieńczyć wodą do 150 cm³ i miareczkować roztworem EDTA w obecności oranżu ksylenolowego do zmiany zabarwienia z fioletowej na żółtą. Miano roztworu EDTA (K) wyrażone w gramach na 1 cm³ obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{m}{V} \quad (1)$$

w którym:

- m — masa ołowiu użytego do wyznaczenia miana, g,
 V — objętość roztworu EDTA użytego do miareczkowania, cm³.

1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g pyłu szybego lub 0,5 g pyłu konwertorowego, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 15 cm³ kwasu solnego, 5 cm³ kwasu azotowego (1,4) i ogrzewać do rozpuszczenia. Zawartość zlewki odparować do wilgotnej pozostałości, ochłodzić, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i ogrzewać do wydzielenia gęstych par.

Zlewkę ochłodzić, opłukać ścianki małą objętością wody i ponownie odparować do gęstych par. Po ochłodzeniu dodać 150 cm³ wody, ogrzać do rozpuszczenia soli i utrzymać roztwór w temperaturze 80 ÷ 90 °C przez 20 ÷ 30 min. Roztwór ponownie ochłodzić i odstawić w chłodne miejsce na 2 ÷ 3 h do całkowitego wydzielenia siarczanu ołowiawego. Osad siarczanu ołowiawego odsączyć przez twardy sączek lub średni z miazgą, przemyć 3 ÷ 4 razy roztworem kwasu siarkowego (2+98), a następnie 2 ÷ 3 razy zimną wodą. Osad z sączka spłukać wodą do zlewki, a następnie sączek przemyć 20 ÷ 25 cm³ gorącego roztworu octanu amonowego i gorącą wodą. Zawartość zlewki ogrzać do rozpuszczenia siarczanu ołowiawego, ochłodzić, dodać 1 cm³ roztworu trójetanoloaminy, rozcieńczyć wodą do objętości około 200 cm³, dodać oranżu ksylenolowego do fioletowego zabarwienia roztworu i miareczkować roztworem EDTA do zmiany barwy na żółtą.

1.4. Obliczanie wyników. Zawartość ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość roztworu EDTA użytego do miareczkowania, cm³,
 K — miano roztworu EDTA wyrażone w gramach ołowiu na 1 cm³ roztworu,
 m — masa próbki, g.

1.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości ołowiu:

- od 5,0 do 10,0 % — 0,10 %,
 powyżej 10,0 do 20,0 % — 0,20 %,
 powyżej 20,0 do 30,0 % — 0,30 %,
 powyżej 30,0 do 40,0 % — 0,40 %,
 powyżej 40,0 % — 0,50 %.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów w obecności chlorku sodowego, rozcieńczenie 0,2N roztworem kwasu solnego i pomiar absorpcji atomowej ołowiu przy długości fali 283,3 nm.

2.2. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla ołowiu; płomień acetylen — powietrze.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
 Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
 dnia 30 czerwca 1982 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1983 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 17/1982 poz. 34)

2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory: 1+1 i 2N.
- b) Kwas azotowy (1,4), roztwór 1+3.
- c) Chlorek sodowy, roztwór 10-procentowy.
- d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.
- e) Kwas nadchlorowy (1,67).

f) Wzorcowy roztwór ołowiu: 0,50 g ołowiu rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu azotowego, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 0,5 mg ołowiu.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do czternastu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0 i 12,0 cm³ wzorcowego roztworu ołowiu, wprowadzić 10 cm³ 2N roztworu kwasu solnego i 5 cm³ roztworu chlorku sodowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową ołowiu równoległe z roztworami analizowanych próbek.

2.5. Wykonanie oznaczania

a) 0,25 g kamienia miedziowego umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą i rozpuścić w 10 cm³ roztworu kwasu azotowego i w 5 cm³ kwasu solnego (1+1). Roztwór odparować do wilgotnej pozostałości, dodać 5 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i odparować ponownie do wilgotnej pozostałości. Następnie wprowadzić 2 cm³ kwasu solnego (1,18) i 5 cm³ roztworu chlorku sodowego, ogrzewać ostrożnie i odparować do objętości około 1 cm³. Dodać 10 cm³ 2N roztworu kwasu solnego i około 20 cm³ wody, zagotować do rozpuszczenia soli i ochłodzić. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową ołowiu równoległe z roztworami wzorcowymi.

b) 1 g żużla szysowego lub 0,25 g żużla konwertorowego umieścić w zlewce teflonowej pojemności 250 cm³ lub parownicy platynowej, zwilżyć wodą, dodać 10 cm³ roztworu kwasu azotowego i 10 cm³ roztworu kwasu fluorowodorowego, ogrzewać ostrożnie a następnie odparować do wilgotnej pozostałości. Ochłodzić naczynie, spłukać ścianki małą ilością wody, wprowadzić 1 cm³ kwasu fluorowodorowego i 5 cm³ kwasu nadchlorowego. Odparować do białych dymów. Ochłodzić, dodać 5 cm³ roztworu chlorku sodowego i 10 cm³ 2N roztworu kwasu solnego, ogrzać do rozpuszczenia większości soli, wprowadzić około 50 cm³ wody i zagotować. Ochłodzić roztwór, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową ołowiu równoległe z roztworami wzorcowymi.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot V}{m} \cdot 100$$

w którym:

a — zawartość ołowiu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru absorpcji, cm³,

m — odważka próbki, g.

2.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości ołowiu:

od 0,05 do 0,10 % — 0,01 %,

powyżej 0,10 do 0,50 % — 0,02 %,

powyżej 0,50 do 2,00 % — 0,05 %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/0828-08.04. Wprowadzono

nowy wariant oznaczania ołowiu w przypadku obecności krzemu.

3. Autor projektu normy — doc. dr inż. Irena Drwięga — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.