

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-77/0682-05
	Analiza chemiczna surowców i węglików spiekanych	
	OZNACZANIE ZAWARTOŚCI MIEDZI metodą absorpcji atomowej	Gr.kat. III 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości miedzi metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej w kobalcie, w tlenku kobaltu oraz w niklu.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości miedzi w zakresie od 0,0001 do 0,02 %.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym lub solnym i pomiar absorpcji roztworu przy długości fali 324,75 nm w płomieniu acetylen - powietrze.

2.2. Aparatura.

a/ Spektrofotometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem acetylen - powietrze.

b/ Lampa z katodą wnąkową, miedziową.

c/ Butla ze sprężonym acetylenem.

d/ Kompresor powietrza lub inne źródło dostawy powietrza.

2.3. Odczynniki i roztwory.

a/ Kwas azotowy /1,4/, roztwór 1+1.

b/ Kwas solny /1,18/, roztwór 1+1.

c/ Kobalt lub nikiel metaliczny, o zawartości miedzi poniżej 0,0001 %.

d/ Roztwory wzorcowe miedzi.

R o z t w ó r A : 0,0200 g miedzi metalicznej o zawartości minimum 99,95 % Cu rozpuścić w 25 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu A zawiera 0,02 mg miedzi.

R o z t w ó r B : 100 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu B zawiera 0,002 mg miedzi.

Zgłoszona przez Hutę Baildon

Ustanowiona przez Dyrektora ZHŻiSt Zarządzeniem nr 23/77 z dnia 15.12.1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1.VII.1978 r.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej.

a/ Dla zawartości od 0,0001 do 0,050 % Cu.

Do 5 zlewek pojemności 250 cm³ odważyć po 1,0 g kobaltu lub niklu i dodać po 25 cm³ roztworu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu odmierzyć do zlewek kolejno: 0; 2,5; 7,5; 15,0; 25,0 cm³ roztworu wzorcowego B. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ i postępować dalej zgodnie z p. 2.5. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

b/ Dla zawartości powyżej 0,0050 do 0,020 % Cu.

Do 5 zlewek pojemności 250 cm³ odważyć po 1,0 g kobaltu lub niklu i dodać po 25 cm³ roztworu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu odmierzyć do zlewek kolejno: 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 cm³ roztworu wzorcowego A. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ i postępować dalej zgodnie z p. 2.5. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

2.5. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 1,0 g próbki do zlewki pojemności 250 cm³ i dodać 25 cm³ roztworu kwasu azotowego w przypadku oznaczenia zawartości miedzi w kobalcie lub niklu, natomiast 25 cm³ roztworu kwasu solnego jeżeli oznaczenie zawartości miedzi wykonuje się w tlenku kobaltu, a po rozpuszczeniu utlenić dodając 5 cm³ roztworu kwasu azotowego. Po całkowitym rozpuszczeniu przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Równocześnie z analizą próbki badanej wykonać ślepe próby. Pomiar absorpcji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 324,75 nm w ustalonych, optymalnych warunkach dotyczących prądu lampy, szerokości szczeliny, wysokości palnika oraz przepływu acetylenu i powietrza.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość miedzi /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$A = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - zawartość miedzi w roztworze, odczytana z krzywej wzorcowej, g
- m_2 - zawartość miedzi w roztworze otrzymanym przy ślepej próbie, g
- m - odważka próbki, g.

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

od	0,0001 % do 0,0050 %	——	0,00005 %.
powyżej	0,0050 % do 0,020 %	——	0,0005 %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Huta Baildon
2. Załączenia międzynarodowe i normy zagraniczne - brak
3. Autorzy projektu normy - mgr inż. Zofia Kościelniak, dr Jerzy Mroziński