

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Analiza chemiczna rud i odpadów cynkowo-ołowiowych	0818-01/04
	Oznaczanie zawartości cynku utlenionego i ołowiu utlenionego	Zamiast ZN-72/MPC-MN-02832
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA POLAROGRAFICZNA

1.1. Zasada oznaczania — ługowanie próbki na gorąco w roztworze octanu amonowego i polarograficzne oznaczanie ołowiu i cynku w roztworze zawierającym octan amonowy i chlorek sodowy.

1.2. Odczynniki i roztwory

a) Octan amonowy, roztwór 30%(m/V) o pH = 5,5.
b) Roztwór podstawowy: 250 g chlorku sodowego, 12 g rodanku amonowego, 2 g kwasu askorbinowego, 2 cm³ 0,1% roztworu oranżu metylowego, 10 cm³ 1% roztworu kleju rozpuścić w 800 cm³ wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

c) Roztwór wzorcowy ołowiu: 0,500 g ołowiu o zawartości minimum 99,99% Pb w postaci wiórków rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), roztwór odparować do objętości 2 ÷ 3 cm³, dodać 15 cm³ kwasu solnego i ponownie odparować do małej objętości. Odparowanie powtórzyć z 5 cm³ kwasu solnego. Do otrzymanego roztworu chlorku ołowiowego dodać 250 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i w przypadku wytrącenia się osadu ogrzać, a następnie przelać roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać jeszcze 250 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), ostudzić, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,5 mg ołowiu.

d) Roztwór wzorcowy cynku: 0,500 g cynku o zawartości minimum 99,99% Zn rozpuścić ostrożnie w 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i odparować do sucha. Do pozostałości dodać 100 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,5 mg Zn.

1.3. Aparatura — polarograf lub oscylopolarograf z pełnym wyposażeniem.

1.4. Wykonanie oznaczania. Odważkę 1 ÷ 5 g próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, dodać 100 cm³ roztworu octanu amonowego, kolbę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ługować w temperaturze wrzenia przez 30 min. Po wyługowaniu przesączyć roztwór przez podwójny miękki sączek, do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³. Osad na sączku przemyć 30 cm³ gorącej wody. Po ostudzeniu roztworu, do kolby

pomiarowej odmierzyć 100 cm³ roztworu podstawowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 15 ÷ 20 min przelać część roztworu do naczynka polarograficznego, odczekać 15 min i polarografować lub wykonać pomiary na oscylopolarografie w zakresie potencjałów od minus 0,2 do minus 0,7 V dla ołowiu i od minus 0,7 do minus 1,2 V dla cynku, w odniesieniu do nasyconej elektrody kalomelowej. Równolegle przygotować próbkę z dodatkiem cynku i ołowiu w ilości 0,8 ÷ 1,2 przewidywanej zawartości w próbce badanej. W tym celu do kolby, w której będzie przeprowadzone ługowanie, dodać odpowiednią ilość roztworu wzorcowego cynku i ołowiu, odparować do sucha, następnie odważyć próbkę, wsypać do kolby i dalej postępować, jak z próbką badaną.

1.5. Obliczanie wyników. Zawartość cynku utlenionego lub ołowiu utlenionego obliczyć w procentach wg wzoru

$$X (\text{Zn lub Pb}) = \frac{h \cdot m_1}{(H - h) \cdot m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- h — wysokość fali badanego roztworu, mm,
- m_1 — zawartość cynku (ołowiu) w dodanym roztworze wzorcowym, g,
- H — wysokość fali badanego roztworu z dodatkiem wzorcowego roztworu cynku (ołowiu), mm,
- m — odważka próbki, g.

Przy pomiarach oscylopolarograficznych zamiast wysokości fali polarograficznej wstawić zmierzone dla poszczególnych roztworów wartości prądowe w μA .

1.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — wg 2.6.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania — ługowanie próbki na gorąco roztworem octanu amonowego i po odsączeniu osadu pomiar stężenia ołowiu i cynku w przesączu metodą absorpcji atomowej.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Octan amonowy, roztwór 30%(m/V), o pH 5,4 ÷ 5,6. W zlewce pojemności 2000 cm³ rozpuścić 300 g

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 9 grudnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1987, poz. 10)

octanu amonowego w około 800 cm³ wody i przy użyciu amoniaku oraz kwasu octowego doprowadzić do pH 5,5 ± 0,1. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

b) Wzorcowy roztwór cynku: 0,100 g cynku o zawartości minimum 99,99% Zn umieścić w kolbie pomiarowej 1000 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ tego roztworu zawiera 100 µg Zn.

c) Wzorcowy roztwór ołowiu: 0,500 g ołowiu o zawartości minimum 99,99% Pb umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+3) i pozostawić do całkowitego rozpuszczenia, po czym dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ tego roztworu zawiera 500 µg Pb.

2.3. Aparatura — spektrometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla cynku i ołowiu, płomień acetylen-powietrze ubogi w paliwo.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej

a) **Dla cynku.** Do ośmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ dodać po 1 cm³ roztworu octanu amonowego oraz kolejno: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 i 5,0 wzorcowego roztworu cynku. Zawartość kolb dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Seria wzorcowa obejmuje zakres stężeń 0,5 ÷ 5,0 µg Zn/cm³.

b) **Dla ołowiu.** Do dziewięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ dodać po 20 cm³ roztworu octanu amonowego oraz kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu ołowiu. Dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Seria wzorcowa obejmuje zakres stężeń 2,5 ÷ 50 µg Pb/cm³.

Przy oznaczaniu zawartości ołowiu utlenionego 2,5 ÷ 10,0% należy przygotować serię roztworów wzorcowych z dodatkiem 5 cm³ octanu amonowego.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 1 g próbki umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³, zadać 100 cm³ roztworu octanu amonowego, przykryć szkiełkiem zegarkowym, postawić na gorącej płycie grzejnej i ogrzać do wrzenia. W tej temperaturze utrzymać przez 30 min. Po upływie tego czasu ogrzewanie przerwać, zawartość kolby przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Następnie niezwłocznie odsączyć przez średni sączek około 50 cm³ roztworu zbierając przesącz w suchej zlewce lub kolbie stożkowej pojemności 50 lub 100 cm³. Zwłoka w operacji sączenia podwyższa wyniki oznaczania. Zależnie od zawartości części utlenionych wykonać pomiar absorpcji atomowej bezpośrednio z przesączu lub po jego rozcieńczeniu wg tablicy.

Zawartość oznaczanego pierwiastka %	Objętość odebranej części roztworu cm ³	Pojemność kolby pomiarowej z roztworem do pomiaru absorpcji atomowej cm ³
Zn		
od 0,05 do 0,25	bez rozcieńczania	—
powyżej 0,25 do 2,5	25	250
powyżej 2,5 do 10,0	10	500
Pb		
od 0,1 do 2,5	bez rozcieńczania	—
powyżej 2,5 do 10,0	25	100

Równoległe z analizowaną próbką wykonać ślepa próbę, której roztwór służy jako czynnik odniesienia przy pomiarze absorpcji atomowej.

Absorpcję atomową cynku mierzyć przy długości fali 213,9 nm, a ołowiu przy 283,3 nm równoległe z roztworami wzorcowymi. Dla obu pierwiastków stosować płomień acetylen-powietrze nie świecący, ubogi w acetylen. Roztwór ślepej próby rozcieńczyć do pomiaru tak, jak roztwór analizowany. Zawartość cynku i ołowiu odczytać z krzywej wzorcowej.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość (X) cynku utlenionego lub ołowiu utlenionego w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{10000 \cdot m} \quad (2)$$

w którym:

- c — stężenie cynku (ołowiu) w roztworze badanej próbki, µg/cm³,
- c_1 — stężenie cynku (ołowiu) w roztworze ślepej próby, µg/cm³,
- V — objętość roztworu próbki, cm³,
- m — odważka próbki odpowiadająca odebranej części roztworu, g.

2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości:

- cynk utleniony
 - od 0,05 do 0,25% — 0,02%,
 - powyżej 0,25 do 1,0% — 0,06%,
 - powyżej 1,0 do 2,0% — 0,10%,
 - powyżej 2,0 do 5,0% — 0,25%,
 - powyżej 5,0 do 10,0% — 0,50%.
- ołów utleniony
 - od 0,1 do 0,25% — 0,02%,
 - powyżej 0,25 do 1,0% — 0,05%,
 - powyżej 1,0 do 2,5% — 0,10%,
 - powyżej 2,5 do 5,0% — 0,25%,
 - powyżej 5,0 do 10,0% — 0,5%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.
2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-72/MPC-MN-02832. Dodano metodę absorpcji atomowej. Dotychczas obowiązująca ZN-72/MPC-MN-02832 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1987 r.
3. Autorzy projektu normy — mgr Marian Świercz i inż. Bogusław Kończak — Zakłady Górniczo-Hutnicze BOLESŁAW, Bukowno.