

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	0818-01/14
	Oznaczenie zawartości kobaltu	
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA SPEKTROFOTOMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczanie próbki w kwasach, ekstrakcja chloroformem kompleksu kobaltu z 2-nitrozo-1-naftolem, fotometryczny pomiar absorpcji przy długości fali 530 nm.

1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$ i 5 + 95.
- b) Kwas azotowy (1,4).
- c) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- d) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$.
- e) Cytrynian sodowy, roztwór 40%(m/V).
- f) 2-nitrozo-1-naftol, roztwór 1%(m/V) w kwasie octowym lodowatym, świeżo przygotowany.
- g) Chloroform.
- h) Siarczan sodowy bezwodny.
- i) Wzorcowe roztwory kobaltu

Roztwór A. 0,100 g kobaltu o zawartości minimum 99,99% Co w postaci drutu lub blachy rozpuścić w zlewce pojemności $100 \div 150 \text{ cm}^3$ w 10 cm^3 kwasu azotowego, odparować do wilgotnej pozostałości, dodać 10 cm^3 kwasu solnego, ponownie odparować do małej objętości, po czym dodać 20 cm^3 kwasu solnego, rozcieńczyć wodą, całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm^3 roztworu A zawiera 0,1 mg kobaltu.

Roztwór B. Do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 odmierzyć biuretą 25 cm^3 roztworu A, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm^3 roztworu B zawiera 0,01 mg kobaltu.

1.3. Aparatura. Spektrofotometr lub fotokolorymetr z kompletnym wyposażeniem do pracy w widzialnym zakresie widma.

1.4. Wykonanie oznaczania

1.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu zlewek pojemności 150 cm^3 odmierzyć 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 i $8,0 \text{ cm}^3$ wzorcowego roztworu B, dodać po 10 cm^3 roztworu cytrynianu sodowego, uzupełnić wodą do objętości około 40 cm^3 , ustalić wartość pH na $3 \div 4$ i dalej postępować jak opisano wg 1.4.2.

Zmierzyć absorpcję serii roztworów wzorcowych w odniesieniu do roztworu bez dodatku kobaltu. Na podstawie otrzymanych wartości wykreślić krzywą wzorcową.

1.4.2. Przebieg analizy. Odważkę próbki o masie wg tablicy umieścić w zlewce pojemności 400 cm^3 , zwilżyć wodą i odpowiednio do masy odważki rozpuścić w $15 \div 60 \text{ cm}^3$ kwasu solnego oraz $5 \div 20 \text{ cm}^3$ roztworu kwasu siarkowego i odparować do pojawienia się białych par bezwodnika kwasu siarkowego. Po ochłodzeniu ścianki zlewki spłukać około 30 cm^3 wody, dodać 10 cm^3 kwasu solnego, zagotować w celu rozpuszczenia soli, a następnie odsączyć siarczan ołowiawy i krzemionkę. Osad na sączku przemyć $3 \div 5$ razy gorącym roztworem kwasu solnego (5+95). W zależności od zawartości procentowej kobaltu w próbce przesącz zebrać w zlewce pojemności 150 cm^3 lub w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 , której zawartość należy uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Do wykonania oznaczania pobrać wg tablicy odpowiednią objętość roztworu, zawierającego od $0,005 \div 0,08 \text{ mg}$ kobaltu.

Zawartość kobaltu %	Odważka g	Objętość roztworu pobrana do analizy cm^3
od 0,0002 do 0,0015	5	całość
powyżej 0,0015 do 0,004	2	całość
powyżej 0,004 do 0,01	1	20
powyżej 0,01 do 0,15	1	5

Roztwór lub jego część przenieść do zlewki pojemności 150 cm^3 , uzupełnić wodą do 40 cm^3 , dodać 10 cm^3 roztworu cytrynianu sodowego, ustalić pH na $3 \div 4$ (wobec wskaźnikowego papierka uniwersalnego) za pomocą roztworu kwasu solnego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$ i roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$, dodać 2 cm^3 roztworu 2-nitrozo-1-naftolu, przykryć szkłem zegarkowym i ogrzewać przez 2 min na ciepłej płytce. Roztwór ochłodzić, przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm^3 , opłukać zlewkę kilkoma cm^3 wody, dodać 10 cm^3 chloroformu i ekstrahować wytrząsając przez 1 min. Warstwę organiczną przenieść do

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)

drugiego rozdzielacza pojemności 100 cm³, a ekstrakcję fazy wodnej powtórzyć z 10 cm³ chloroformu. Połączone ekstrakty chloroformowe przemyć, wytrząsając z 20 cm³ roztworu kwasu solnego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$ przez 1 min. Warstwę wodną (górną) odrzucić, a chloroformowy ekstrakt wytrząsać jeszcze dwukrotnie przez 1 min z 25 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, w celu wymycia nadmiaru odczynnika. Warstwę organiczną przenieść do suchej kolby pomiarowej pojemności 25 cm³, uzupełnić chloroformem do kreski i wymieszać. Jeżeli ekstrakt chloroformowy jest mętny należy do kolby pomiarowej przed jej dopełnieniem dodać kilka kryształków bezwodnego siarczanu sodowego.

Zmierzyć absorpcję przy długości fali 530 nm w odniesieniu do roztworu ślepej próby.

Zawartość kobaltu odczytać z krzywej wzorcowej.

1.5. Obliczanie wyników. Zawartość kobaltu obliczyć w procentach (X) wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — zawartość kobaltu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — masa próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

1.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości kobaltu:

od 0,0002 do 0,0005%	—	0,0001%,
powyżej 0,0005 do 0,0020%	—	0,0002%,
powyżej 0,002 do 0,005%	—	0,0005%,
powyżej 0,005 do 0,020%	—	0,002%,
powyżej 0,020 do 0,05%	—	0,005%,
powyżej 0,05 do 0,15%	—	0,01%.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach i pomiar absorpcji atomowej ze słabo kwaśnego roztworu przy długości fali rezonansowej 240,7 nm w płomieniu acetylen-powietrze.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1+5.

b) Kwas azotowy (1,4).

c) Wzorcowy roztwór kobaltu: 0,200 g kobaltu o zawartości minimum 99,99% Co w postaci blachy lub drutu rozpuścić w zlewce w 10 cm³ kwasu azotowego

i odparować do wilgotnej pozostałości, następnie dodać 20 cm³ kwasu solnego, rozcieńczyć wodą, całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 0,2 mg kobaltu.

2.3. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla kobaltu, płomień acetylen-powietrze.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do dziewięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ dodać kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,5 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu kobaltu. Do każdej kolby dodać po 20 cm³ roztworu kwasu solnego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 0,5 ÷ 2,0 g próbki, umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, zwilżyć wodą, dodać 15 cm³ kwasu solnego i 5 cm³ kwasu azotowego i pozostawić do zakończenia burzliwej reakcji, po czym ogrzewać do rozpuszczenia soli, rozcieńczyć wodą do około 50 cm³, całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową w odniesieniu do roztworu ślepej próby. Równolegle przed i po pomiarze absorpcji roztworu analizowanego zmierzyć absorpcję atomową serii roztworów wzorcowych.

Zawartość kobaltu odczytać z krzywej wzorcowej.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość kobaltu obliczyć w procentach (X) wg wzoru

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

w którym:

c — stężenie kobaltu w roztworze badanej próbki, $\mu\text{g/cm}^3$,

c_1 — stężenie kobaltu w roztworze ślepej próby, $\mu\text{g/cm}^3$,

V — objętość roztworu, cm³,

m — masa odważki próbki, g.

2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości kobaltu:

od 0,005 do 0,025%	—	0,002%,
powyżej 0,025 do 0,05%	—	0,005%,
powyżej 0,05 do 0,25%	—	0,01%,
powyżej 0,25 do 0,5%	—	0,03%.

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 M. Świercz i inż. B. Kończak — Zakłady Górniczo-Hutnicze BOLESŁAW w Bukowniu.