

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	0818-01/15
	Oznaczenie zawartości arsenu	Grupa katalogowa 0139

1. METODA SPEKTROFOTOMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym i siarkowym, oddzielenie arsenu przez destylację i spektrofotometryczne oznaczenie w postaci błękitu arsenowo-molibdenowego przy długości fali 830 lub 750 nm.

1.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny (1,18), roztwór 3+2.
- Kwas azotowy (1,4).
- Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- Nadtlenek wodoru, roztwór 2%(V/V).
- Bromek potasowy.
- Siarczan hydrazyny.
- Mieszanina barwiąca, świeżo przygotowana: 50 cm³ 1% roztworu molibdenianu amonowego w roztworze kwasu siarkowego o $c = \text{mol/dm}^3$ rozcieńczyć wodą do objętości 300 cm³, dodać 50 cm³ świeżo przygotowanego 0,1% roztworu siarczanu hydrazyny, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
- Roztwory wzorcowe arsenu.

Roztwór A. 0,1320 g trójtlenku arsenu rozpuścić w 5 cm³ roztworze wodorotlenku sodowego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$, dodać 10 cm³ wody i 10 cm³ roztworu kwasu solnego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg arsenu.

Roztwór B. 50 cm³ roztworu wzorcowego A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,025 mg arsenu.

1.3. Aparatura

- Aparat do destylacji arsenu z kolbą destylacyjną pojemności 250 cm³.
- Spektrofotometr lub fotokolorymetr z kompletnym wyposażeniem do pracy w zakresie widma widzialnego.

1.4. Wykonanie oznaczania

1.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do dziewięciu zlewek pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu B. Dodać po 5 cm³ kwasu azotowego i łagodnie odparować do wilgotnej pozostałości. Zlewki przenieść do su-

szarki i pozostawić przez 1 h w temperaturze 130°C. Po ochłodzeniu do każdej zlewki dodać 30 cm³ mieszaniny barwiącej i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 15 min. Roztwory ochłodzić, przelać do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³, uzupełnić do kreski mieszaniną barwiącą i wymieszać. Zmierzyć absorpcję roztworów w odniesieniu do roztworu nie zawierającego arsenu. Na podstawie uzyskanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

1.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 0,5 ÷ 5,0 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 10 ÷ 50 cm³ kwasu azotowego, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez 10 ÷ 15 min, po czym szkiełko zdjąć, dodać 5 ÷ 15 cm³ roztworu kwasu siarkowego i odparować do pojawienia się białych par jego bezwodnika. Zawartość zlewki ochłodzić, ścianki opłukać małą ilością wody (około 5 cm³) i odparować do wilgotnej pozostałości. Po jej ostudzeniu dodać 80 cm³ roztworu kwasu solnego, zamieszać i odczekać do rozpuszczenia się wytrąconych soli, a następnie zawartość zlewki przenieść do kolby destylacyjnej, używając do przepłukania zlewki dalszych 20 cm³ roztworu kwasu solnego. Do kolby destylacyjnej dodać 2 g siarczanu hydrazyny i 1 g bromku potasowego, podłączyć chłodnicę wodną i prowadzić destylację. Temperatura destylacji nie powinna przekraczać 110°C. Oddestylować $\frac{3}{4}$ początkowej objętości roztworu (70 ÷ 75 cm³), zbierając destylat w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, zawierającej 10 cm³ roztworu nadtlenku wodoru. Do destylatu dodać 5 cm³ kwasu azotowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Do przeprowadzenia reakcji barwnej odebrać część roztworu wg tabl. 1, zawierającą od 0,02 do 0,25 mg arsenu.

Tablica 1

Zawartość arsenu %	Odważka g	Objętość roztworu po- brana do oznaczania cm ³
od 0,002 do 0,025	5	20
powyżej 0,01 do 0,12	2	10
powyżej 0,04 do 0,5	0,5	10

Odebraną część roztworu umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, łagodnie ogrzewać i odparować prawie do sucha, po czym zlewkę przenieść do suszarki i po-

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)

zostawić przez 1 h w temperaturze 130°C. Do ochłodzonej suchej pozostałości dodać 30 cm³ mieszaniny barwiącej i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 15 min. Roztwór ochłodzić, przelać do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić do kreski mieszaniną barwiącą i wymieszać. Zmierzyć absorpcję roztworu przy długości fali 830 lub 750 nm w odniesieniu do roztworu ślepej próby. Zawartość arsenu odczytać z krzywej wzorcowej.

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

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

w którym:

m_1 — zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

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

od 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 0,20% — 0,01%,

powyżej 0,2 do 0,5% — 0,02%.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbek w kwasie azotowym i siarkowym, oddzielenie arsenu przez współstrącenie z wodorotlenkiem żelazowym, rozpuszczenie osadu w kwasie solnym i pomiar absorpcji atomowej arsenu w środowisku kwasu solnego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$ przy długości fali rezonansowej 193,7 nm z zastosowaniem kompensacji absorpcji niespecyficznej.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4).

b) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.

c) Kwas solny (1,18) i roztwór 1+5.

d) Amoniak (0,91) i roztwór 5+100.

e) Roztwór wzorcowy arsenu: 1,320 g trójtlenku arsenu rozpuścić w 20 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$, rozcieńczyć wodą, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać 50 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 1 mg arsenu.

2.3. Aparatura. Spektrometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla arsenu i z układem korekty tła dla efektywnej kompensacji absorpcji niespecyficznej, płomień acetylen-powietrze.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu

arsenu, uzupełnić do kreski roztworem kwasu solnego i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową arsenu w warunkach opisanych w 2.4.2 wobec roztworu nie zawierającego arsenu. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową. Absorpcję serii wzorców mierzyć bezpośrednio przed i po pomiarze absorpcji roztworów analizowanych.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę próbki o masie wg tabl. 2 umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, zwilżyć wodą, dodać 15 cm³ kwasu azotowego, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać przez 10 ÷ 15 min. Zawartość zlewki ochłodzić, ścianki spłukać wodą, dodać 10 cm³ kwasu solnego i ogrzewać do rozpuszczenia soli. Rozcieńczyć do objętości 150 cm³, podgrzać do temperatury 60 ÷ 70°C i wytrącić wodorotlenki amoniakiem, dodając 5 cm³ nadmiaru odczynnika. Zawartość zlewki pozostawić w ciepłym miejscu przez 30 min w celu skoagulowania osadu, a następnie osad odsączyć przez średni sączek, dwukrotnie przemyć go roztworem amoniaku o temperaturze 60 ÷ 70°C i jeszcze dwa razy gorącą wodą. Amoniakalny przesącz odrzucić, a osad rozpuścić w gorącym roztworze kwasu solnego, zbierając powstały roztwór do tej samej zlewki, w której był wytrącany osad wodorotlenków. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności wg tabl. 2, ochłodzić, uzupełnić do kreski roztworem kwasu solnego i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową arsenu w odniesieniu do roztworu ślepej próby, równoległe z roztworami wzorcowymi, stosując korektor wpływu tła dla eliminacji absorpcji niespecyficznej.

Tablica 2

Zawartość arsenu %	Odważka próbki g	Pojemność kolby pomiarowej cm ³
od 0,05 do 0,2	2	100
powyżej 0,2 do 1,0	1	100
powyżej 1,0 do 2,0	1	200

Zawartość arsenu odczytać z krzywej wzorcowej.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość arsenu (X) obliczyć w procentach ze wzoru

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

w którym:

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

c_1 — stężenie arsenu 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 arsenu

od 0,05 do 0,2% — 0,03%,

powyżej 0,2 do 0,5% — 0,05%,

powyżej 0,5 do 2,0% — 0,10%.

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 K. Zdybiewska, mgr M. Wójcik — Zakłady Górniczo-Hutnicze ORZEŁ BIAŁY.