

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	0818-01/17
	Oznaczenie zawartości cyny	
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA SPEKTROFOTOMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczania. Alkaliczne rozłożenie próbek, wydzielenie cyny na nośniku manganowym i spektrofotometryczne oznaczenie z fenylofluoronom przy długości fali 510 nm.

1.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4) i roztwór o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$.
b) Kwas siarkowy (1,83), roztwory: 1+4 i o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$.

c) Kwas cytrynowy, roztwór 20%(m/V), świeżo przygotowany.

d) Kwas askorbinowy, roztwór 2%(m/V), świeżo przygotowany.

e) Amoniak (0,91).

f) Nadtlenek wodoru, roztwór 30%(V/V).

g) Nadtlenek sodowy.

h) Nadmanganian potasowy, roztwór 1%(m/V).

i) Azotan manganawy, roztwór 1%(m/V): 2 g manganu rozpuścić w 30 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1) i po oziębieniu rozcieńczyć wodą do objętości 200 cm³, lub 7,2 g nadmanganianu potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 10 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1) i kilka kropli roztworu nadtlenku wodoru. Po wygotowaniu nadtlenku wodoru roztwór oziębować i rozcieńczyć wodą do objętości 250 cm³.

j) Żelatyna, roztwór 1%(m/V), świeżo przygotowany.

k) Aceton.

l) Fenylofluoron, roztwór 0,05%(m/V): 0,1 g odczynnika rozpuścić na gorąco w zlewce pojemności 100 cm³ w 50 cm³ alkoholu etylowego z dodatkiem 2,0 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1). Roztwór oziębować, przelać do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³, uzupełnić do kreski etanolem, wymieszać i przechowywać w ciemnym miejscu.

ł) Roztwory wzorcowe cyny (świeżo sporządzone):

Roztwór A. 0,100 g cyny o zawartości minimum 99,99 Sn rozpuścić w 10 cm³ kwasu siarkowego, po oziębieniu przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$ i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg cyny.

Roztwór B. Odmierzyć 25 cm³ roztworu wzorcowego A cyny do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzu-

pełnić roztworem kwasu siarkowego o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$ do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,01 mg cyny.

1.3. Aparatura. Spektrofotometr z pełnym wyposażeniem.

1.4. Wykonanie oznaczania

1.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu zlewek pojemności 50 cm³ odmierzyć z mikrobiurety: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 i 6,0 cm³ roztworu wzorcowego B, odparować do sucha i oziębować. Następnie dodać 2,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$ i po podgrzaniu dodać 2 cm³ roztworu kwasu askorbinowego. Do chłodzonego roztworu dodać kolejno: 5 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, 1 cm³ roztworu żelatyny, 3 cm³ acetonu i 2 cm³ roztworu fenylofluoronu. Całość starannie wymieszać, przelać do kolb pomiarowych pojemności 25 cm³, uzupełnić wodą do kreski i ponownie wymieszać. Po upływie 3 h wykonać pomiar absorpcji przy długości fali 510 nm, w odniesieniu do roztworu nie zawierającego cyny.

1.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 1 g próbki umieścić w tyglu niklowym, dodać 5 g nadtlenku sodowego i stopić. Stop oziębować, tygiel umieścić w wysokiej zlewce pojemności 400 cm³ nakrytej szkiełkiem zegarkowym i dodać 150 cm³ gorącej wody. Opłukać szkiełko zegarkowe i tygiel wodą, rozpuścić osad w kwasie azotowym i dodać kilka kropli roztworu nadtlenku wodoru; wygotować nadmiar utleniacza. Następnie dodać 5 cm³ roztworu azotanu manganowego i oziębiony roztwór zubożyć amoniakiem do pojawienia się osadu wodorotlenku żelazowego, po czym dodać 24 cm³ kwasu azotowego i wody do objętości 190 cm³. Zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i podgrzać roztwór do wrzenia. Dodać 10 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego i gotować 2 min. Po upływie 30 min osad odsączyć przez twardy sączek i przemyć zlewkę oraz sączek 4-5 razy gorącym roztworem kwasu azotowego o $c = 2 \text{ mol/dm}^3$. Osad z sączka spłukać do zlewki, w której prowadzono strącanie, a pozostałość na sączku rozpuścić w 10 cm³ gorącego roztworu kwasu siarkowego (1+4), z dodatkiem kilku kropli roztworu nadtlenku wodoru. Przemyć sączek kilkakrotnie gorącą wodą i odrzucić go. Roztwór odparować do białych par. Pozostałość oziębować, opłukać ścianki zlewki 5 cm³ wody i odparować do sucha. Przy zawartości cyny do 0,006%

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)

— do oziębionej pozostałości dodać 2,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$ i dalej postępować wg 1.4.1.

Przy zawartości powyżej 0,006% cyny dodać 20 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$, rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ do kreski, pobrać odpowiednią część roztworu zgodnie z tablicą, odparować do sucha, dodać 2,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 2,5 \text{ mol/dm}^3$ i postępować dalej wg 1.4.1.

Zawartość cyny %	Objętość roztworu pobrana do analizy cm ³
od 0,001 do 0,006	całość
powyżej 0,006 do 0,03	20
powyżej 0,03 do 0,06	10
powyżej 0,06 do 0,1	5

Równolegle wykonać ślepą próbę i otrzymany roztwór stosować jako porównawczy przy pomiarze absorpcji badanej próbki.

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

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

w którym:

- m_1 — zawartość cyny odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

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

- od 0,001 do 0,003% — 0,0003%,
- powyżej 0,003 do 0,005% — 0,0006%,
- powyżej 0,005 do 0,01% — 0,0015%,
- powyżej 0,01 do 0,02% — 0,002%,
- powyżej 0,02 do 0,05% — 0,004%,
- powyżej 0,05 do 0,1% — 0,008%.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, współstrącenie cyny wraz z wodorotlenkiem żelazowym, rozpuszczenie osadu w kwasie solnym i pomiar absorpcji atomowej przy fali rezonansowej długości 224,7 nm, za uwzględnieniem kompensacji absorpcji niespecyficznej.

2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1+9.
- b) Kwas azotowy (1,4).
- c) Kwas siarkowy (1,83).
- d) Amoniak (0,91) i roztwór 5+100.
- e) Roztwór wzorcowy cyny: 1,000 g cyny o zawar-

tości minimum 99,99% Sn rozpuścić podgrzewając do 60°C w 100 cm³ kwasu solnego. Ostudzony roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 1 mg Sn.

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

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0; 0,5; 1,5; 3,0; 4,5 i 6,0 cm³ roztworu wzorcowego cyny. Do każdej kolby dodać po 10 cm³ kwasu solnego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową cyny przed i po pomiarze absorpcji roztworów badanych. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 2 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 15 cm³ kwasu azotowego, 10 cm³ kwasu siarkowego, rozpuścić na gorąco i odparować do ukazania się par bezwodnika kwasu siarkowego. Roztwór ochłodzić, rozcieńczyć do objętości 150 cm³, podgrzać do temperatury około 70°C i wytrącić wodorotlenki amoniakiem, dodając jeszcze 5 cm³ nadmiaru. Roztwór z wydzielonym osadem pozostawić pod przykryciem w ciepłym miejscu na około 0,5 h. Osad wodorotlenków przesączyć przez średni sączek, przemyć zlewkę i osad dwa razy roztworem amoniaku o temperaturze około 60°C i dwa razy gorącą wodą. Osad rozpuścić gorącym roztworem kwasu solnego, zmywając go z sączka do zlewki, w której był wytrącony. Ostudzony roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić do kreski roztworem kwasu solnego i wymieszać. Równolegle wykonać ślepą próbę. Zmierzyć absorpcję atomową cyny w roztworze próbki analizowanej w odniesieniu do roztworu ślepej próby równolegle z roztworami wzorcowymi. Zawartość cyny odczytać z krzywej wzorcowej.

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

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- c — stężenie cyny w roztworze badanej próbki, $\mu\text{g/cm}^3$,
- c_1 — stężenie cyny w roztworze ślepej próby, $\mu\text{g/cm}^3$,
- V — objętość roztworu próbki, cm³,
- m — odważka próbki, g.

2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości cyny od 0,05 do 0,3 — 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 K. Zdybiewska, mgr M. Wójcik — Zakłady Górniczo-Hutnicze ORZEŁ BIAŁY.