

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-86
	Analiza chemiczna rud i odpadów cynkowo-ołowiowych	0818-01/18
	Oznaczenie zawartości bizmutu	Zamiast ZN-72/MPC-MN-02832
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA SPEKTROFOTOMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach i oddzielenie bizmutu w postaci wodorotlenku, ekstrakcja karbaminianu bizmutu chloroformem ze środowiska alkalicznego o pH 8,5 ÷ 11,0 w obecności czynników maskujących żelazo, miedź i ołów, wytworzenie barwnego związku z oranżem ksylenolowym i pomiar absorpcji przy długości fali 531 nm.

1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1+5.
- b) Kwas azotowy (1,4) i roztwór o $c = 1 \text{ mol/dm}^3$.
- c) Kwas siarkowy (1,83).
- d) Kwas askorbinowy, roztwór 10%(m/V).
- e) Kwas winowy, roztwór 25%(m/V).
- f) Amoniak (0,91) i roztwór 1+20.
- g) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminoczworoctowego (EDTA), roztwór 10%(m/V).
- h) Cyjanek potasowy, roztwór 20%(m/V).
- i) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy, roztwór 0,2%(m/V), świeżo przygotowany.
- j) Chloroform.
- k) Fluorek sodowy, roztwór 0,1%(m/V).
- l) Chlorek żelazowy, roztwór 1%(m/V).
- ł) Oranż ksylenolowy, roztwór 0,1%(m/V) w roztworze kwasu azotowego o $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.
- m) Wzorcowe roztwory bizmutu

Roztwór A. 0,100 g bizmutu o zawartości minimum 99,99% Bi rozpuścić w 20 cm³ kwasu azotowego, wygotować tlenki azotu, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg bizmutu.

Roztwór B. 50 cm³ roztworu wzorcowego A umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm³, dodać 20 cm³ kwasu azotowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,01 mg bizmutu.

1.3. Aparatura. Spektrofotometr z pełnym wyposażeniem.

1.4. Wykonanie oznaczania

1.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do ośmiu zlewek pojemności 400 cm³, zawierających po 10 cm³ roztworu chlorku żelazowego, odmierzyć z mikrobiurety: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 i 7,0 cm³ roztworu wzorcowego B. Roztwory podgrzać do temperatury 70°C, dodać amoniaku do zobojętnienia oraz 5 cm³ nadmiaru. Po upływie 0,5 h osady odsączyć i przemyć gorącym roztworem amoniaku. Wytrącanie powtórzyć, rozpuszczając osady wodorotlenków w około 25 cm³ gorącego roztworu kwasu solnego. Do otrzymanych roztworów dodać po 10 cm³ roztworu kwasu winowego, 10 cm³ roztworu EDTA, amoniaku do uzyskania czerwonego zabarwienia i całość ogrzać do wrzenia. Po ochłodzeniu przenieść roztwory do rozdzielaczy pojemności 150 cm³, dodać po 5 cm³ roztworu cyjanku potasowego, 5 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, 10 cm³ chloroformu i wytrząsać przez 2 min. Po rozdzieleniu się warstw, warstwę dolną — organiczną zlać do drugiego rozdzielacza pojemności 100 cm³, a do warstwy wodnej dodać 2 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, 10 cm³ chloroformu i ponownie wytrząsać przez 2 min. Warstwę wodną górną odrzucić, a połączone warstwy organiczne przemyć 20 cm³ wody, wytrząsając roztwór przez 1 min. Warstwę wodną odrzucić, a warstwę organiczną umieścić w zlewce pojemności 50 cm³. Chloroform odparować, do suchej pozostałości dodać 5 cm³ kwasu siarkowego i części organiczne utlenić kwasem azotowym, dodając go kroplami. Roztwory odparować do sucha. Po oziębieniu do osadu w zlewce dodać 3 cm³ roztworu kwasu azotowego o $c = 1 \text{ mol/dm}^3$, ścianki zlewek opłukać małą ilością wody (5 ÷ 10 cm³) i zagotować. Do ochłodzonych roztworów dodać po 1 cm³ roztworu kwasu askorbinowego i 1 cm³ roztworu fluorku sodowego i 1 cm³ roztworu oranżu ksylenolowego. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 25 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 30 min zmierzyć absorpcję roztworów przy długości fali 531 nm w odniesieniu do roztworu nie zawierającego bizmutu. Na podstawie otrzymanych wartości wykreślić krzywą wzorcową.

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)

1.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 2 g próbki rozpuścić na gorąco w zlewce pojemności 400 cm³ w 20 cm³ kwasu azotowego i 10 cm³ kwasu solnego. Po rozpuszczeniu dodać 30 cm³ wody, ogrzać do wrzenia, przesączyć, a osad po przemyciu roztworem kwasu solnego odrzucić.

Przy zawartości bizmutu powyżej 0,001% przesączyć i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić wodą do kreski i odebrać część roztworu wg tablicy.

Zawartość bizmutu %	Pojemność kolby pomiarowej cm ³	Objętość odebranej części roztworu cm ³
od 0,0005 do 0,001	całość	całość
powyżej 0,001 do 0,005	50	20
powyżej 0,005 do 0,01	50	10

Z roztworu lub jego części, ogrzanego do temperatury 70°C dwukrotnie wytrącić osad wodorotlenków amoniakiem, po czym ekstrahować kompleks dwuetylo-dwutiokarbaminianu bizmutu chloroformem, postępując dalej wg 1.4.1.

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

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

w którym:

m_1 — zawartość bizmutu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki, g.

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

od 0,0005 do 0,001% — 0,0002%,

powyżej 0,001 do 0,005% — 0,001%,

powyżej 0,005 do 0,01% — 0,002%.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach i pomiar absorpcji atomowej bizmutu przy długości fali rezonansowej 223,6 nm.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18).

b) Kwas azotowy (1,4).

c) Wzorcowy roztwór bizmutu: 0,200 g bizmutu o zawartości minimum 99,99% Bi rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 0,2 mg bizmutu.

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

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do ośmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0; 0,5; 1,0; 2,5; 3,5; 5,0; 7,5 i 10,0 cm³ roztworu wzorcowego bizmutu. Do każdej kolby dodać po 10 cm³ kwasu solnego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową bizmutu bezpośrednio przed i po pomiarze absorpcji roztworów badanych.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 2,0 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 15 cm³ kwasu solnego i 5 cm³ kwasu azotowego i odparować do wilgotnej pozostałości. Następnie dodać 10 cm³ kwasu solnego, 10 cm³ wody i zagotować. Po ochłodzeniu próbkę przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową bizmutu w roztworze próbki analizowanej równolegle z roztworami wzorcowymi i roztworem ślepej próby. Zawartość bizmutu odczytać z krzywej wzorcowej.

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

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{10000 \cdot m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

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

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

V — objętość roztworu próbki, cm³,

m — odważka próbki, g.

2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości bizmutu od 0,005 do 0,01 — 0,002%.

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.