

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	0818-01/19
	Oznaczanie zawartości srebra	
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA KUPELACYJNA

1.1. Zasada oznaczania. Oddzielenie srebra od innych składników przez stapianie próbki z odpowiednim topnikiem i glejtą. Prażenie otrzymanego stopu ołowiu na kupelce przy dostępie powietrza. Zredukowany stop oraz wszystkie zanieczyszczenia oprócz srebra ulatniają się i wsiąkają w porowatą masę kupelki. Zważenie oddzielonej kulki metalicznego srebra.

1.2. Odczynniki i roztwory

a) Topnik: 40 części bezwodnego węgla sodowego, 30 części wyprażonego boraksu i 2 części winianu potasowego lub kwasu winowego.

b) Czteroboran sodowy ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$). Przed zastosowaniem boran należy wyprażyć i rozdrobnić.

c) Glejta ołowiana o zawartości srebra poniżej 3 g/t.

d) Ołów o znanej zawartości srebra.

e) Azotan sodowy.

1.3. Aparatura i wyposażenie dodatkowe

a) Piec muflowy z możliwością regulacji temperatury do 1200°C , współpracujący z dobrym wyciągiem.

b) Piec szamotowy z podmuchem powietrza z możliwością regulacji temperatury do 1200°C .

c) Tygle żelazne.

d) Szczypce stalowe do chwytania tygli zaopatrzone w uchwyt drewniany.

e) Łopatką stalową do dozowania topnika (przybliżone wymiary łopatki: długość 70 mm, szerokość 40 mm, wysokość 30 mm i grubość ścianki 2 mm), zaopatrzona w uchwyt drewniany.

f) Foremka stalowa stożkowa do wylewania stopu ołowiu.

g) Kupelki magnezytowe o chłonności 100 g ołowiu (masa każdej około 115 g).

h) Szczypce stalowe zaopatrzone w uchwyt drewniany do chwytania kulek.

i) Szczypce do kuleczki srebrnej.

j) Szczoteczka do oczyszczania kuleczki srebrnej.

1.4. Wykonanie oznaczania. 50 g próbki i 50 g glejty zmieszać z 80 g topnika i tak przyrządzoną mieszanke umieścić w tyglu stalowym, pokryć warstwą 10 g boraksu i stopić w specjalnym piecu szamotowym w tem-

peraturze $850 \div 1000^\circ\text{C}$. Stapianie przeprowadzać bardzo uważnie przy stopniowo wzrastającej temperaturze, aby nie spowodować strat mechanicznych substancji (intensywne wydzielanie gazów, parowanie ołowiu). W trakcie parowania dodać łopatką w kilku porcjach jeszcze około 50 g topnika. Przy analizowaniu próbek trudnotopliwych o dużej zawartości krzemionki i żelaza — odważyć 25 g i stosować dwukrotne stapianie z boraksem w ilości około 10 g. Dla próbek z zawartością węgla wskazane jest po pierwszym stopieniu utlenić próbkę azotanem sodowym, po czym ponownie stopić z topnikiem. Po dokładnym stopieniu całości, które trwa około 1 h, przerwać ogrzewanie, wyciągnąć tygiel z pieca i powoli zlać żużel z powierzchni zredukowanego stopu ołowiu. Następnie wylać stop do stalowej foremki stożkowej, wysmarowanej kredą. Po oziębieniu wyjąć stop z formy, oczyścić, przenieść na silnie nagrzaną kupelkę magnezytową, którą umieścić w piecu muflowym i ogrzewać do temperatury $850 \div 1000^\circ\text{C}$. Przez mały otwór w drzwiczkach obserwować kiedy próbka stopi się i przybierze gładką, wypukłą, błyszczącą powierzchnię. Wtedy uchylić drzwiczki w celu udostępnienia dopływu powietrza ułatwiającego proces utlenienia i obniżenia temperatury mufl. Zawartość kupelki szybko zmniejsza się, a po upływie $30 \div 40$ min kupelka zawiera tylko małą, świecąca się kuleczkę, która w pewnej chwili zaczyna iryzować — po czym zabłyśnie. W tym momencie natychmiast przesunąć kupelkę ku przodowi mufl, a po upływie $1 \div 2$ min wyjąć ją z pieca i pozostawić do ochłodzenia. Wydzielone na kupelce srebro powinno mieć kształt idealnej kuleczki (zniekształcenie może wskazywać na obecność zanieczyszczeń). Kuleczkę srebra uchwycić szczypcami, nieco spłaszczyć i oczyścić szczoteczka tę część kulki, która przylegała do kupelki, po czym zważyć.

Przy analizowaniu próbek o zawartości srebra do 100 g/t dodać do stopu 10 g ołowiu o ściśle określonej zawartości srebra, w celu otrzymania srebrnej kulki wielkości odpowiedniej do ważenia.

1.5. Obliczanie wyników. Zawartość srebra (X_1 i X_2) obliczyć w gramach na tonę wg wzoru

— dla próbek o zawartości srebra do 100 g/t

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)

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 1\,000\,000 - (c + c_1) \quad (1)$$

— dla próbek o zawartości srebra powyżej 100 g/t

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 1\,000\,000 \quad (2)$$

w których:

m_1 — masa kuleczki srebrnej, g,

m — odważka próbki, g,

c — zawartość srebra w dodanym ołowiu, g/t,

c_1 — zawartość srebra w glejcie dodanej do próbki, g/t.

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

do 100 g/t — 10 g/t,

powyżej 100 g/t — 30 g/t.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, utworzenie anionu zespolonego srebra z kwasem solnym i pomiar absorpcji atomowej srebra przy długości fali rezonansowej 328,1 nm.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18).

b) Kwas azotowy (1,4).

c) Wzorcowe roztwory srebra

Roztwór A. 1,5843 g azotanu srebra uprzednio wysuszonego rozpuścić w wodzie, całość uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg Ag.

Roztwór B. 100 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,1 mg Ag.

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

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0;

0,5; 1,0; 2,0; 4,0 i 6,0 cm³ wzorcowego roztworu B. Do każdej kolby dodać po 10 cm³ kwasu solnego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową srebra przed i po pomiarze absorpcji roztworów badanych.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę próbki o masie wg tablicy umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, dodać 15 cm³ kwasu solnego i 5 cm³ kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu na gorąco odparować do wilgotnej pozostałości. Dodać 20 cm³ kwasu solnego i ponownie odparować do wilgotnego osadu. Następnie dodać 10 cm³ kwasu solnego, 10 cm³ wody i zagotować. Po ochłodzeniu roztworów przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową srebra w roztworze próbki analizowanej równoległe z roztworami wzorcowymi. Zawartość srebra odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość srebra %	Odważka próbki g
od 0,002 do 0,01	2,0
powyżej 0,01 do 0,05	1,0
powyżej 0,05 do 0,1	0,5

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

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{1000 \cdot m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

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

c_1 — stężenie srebra 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 srebra:

od 0,002 do 0,01% — 0,002%,

powyżej 0,01 do 0,05% — 0,004%,

powyżej 0,05 do 0,1% — 0,010%.

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. Zamiast metody spektrograficznej wprowadzono metodę absorpcji atomowej dla zakresu 0,002 ÷ 0,1% Ag. 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.