

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 Oznaczenie zawartości talu	0818-01/20
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA SPEKTROFOTOMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczenia. Rozpuszczenie próbki w kwasach, utworzenie kompleksu talu z fioletem krystalicznym, ekstrakcja benzenem i spektrofotometryczny pomiar absorpcji ekstraktu przy długości fali 590 nm.

1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18).
- b) Kwas azotowy (1,4).
- c) Kwas fosforowy (1,7), roztwór 1+4.
- d) Chlorek żelazowy, roztwór 20%(m/V).
- e) Nadtlenek wodoru, roztwór 30%(V/V).
- f) Benzen.
- g) Fiolet krystaliczny, roztwór 0,2%(m/V), świeżo przygotowany.
- h) Wzorcowe roztwory talu.

Roztwór A. 0,100 g metalicznego talu o zawartości minimum 99,99% Tl rozpuścić na gorąco w zlewce w 10 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1) i ostrożnie odparować do wilgotnego osadu. Dodać 50 cm³ wody w celu rozpuszczenia soli, całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg talu.

Roztwór B. Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć biuretą 10 cm³ roztworu A, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,01 mg talu.

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

1.4. Wykonanie oznaczenia

1.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu zlewek pojemności 150 cm³ odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 i 5,0 cm³ wzorcowego roztworu B. Zawartość zlewek ostrożnie odparować prawie do sucha, ostudzić, dodawać kolejno 30 cm³ roztworu kwasu fosforowego, 1 cm³ roztworu chlorku żelazowego, 8 kropli roztworu nadtlenu wodoru i odstawić na 40 min. Dalej postępować wg 1.4.2. Zmierzyć absorpcję ekstraktów benzenowych w odniesieniu do ekstraktu

bez dodatku talu. Na podstawie uzyskanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

1.4.2. Przebieg analizy. Odważkę próbki o masie wg tablicy umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą i odpowiednio do masy próbki rozpuścić w 15 ÷ 30 cm³ kwasu solnego i 5 ÷ 10 cm³ kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu próbki roztwór odparować do gęstości syropu, dodać 20 cm³ kwasu solnego i ponownie odparować do wilgotnej pozostałości.

Zawartość talu %	Odważka próbki g	Pojemność kolby po- miarowej cm ³	Objętość roz- tworu pobra- na do analizy cm ³
od 0,0002 do 0,002	2,0	—	całość
powyżej 0,002 do 0,01	0,5	—	całość
powyżej 0,01 do 0,05	1,0	100	10
powyżej 0,05 do 0,2	0,5	200	10
powyżej 0,2 do 0,5	0,5	500	10

Przy zawartości talu w próbce do 0,01% do oznaczenia użyć całą zawartość zlewki, powyżej tej zawartości wilgotną pozostałość w zlewce zalać 50 cm³ wody, ogrzać prawie do wrzenia, ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej wg tablicy, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Odebrać pipetą 10 cm³ klarownego roztworu do zlewki pojemności 250 cm³ i łagodnie odparowywać do wilgotnej pozostałości.

Do zlewki zawierającej całość lub część odparowanej próbki dodać 30 cm³ roztworu kwasu fosforowego, 1 cm³ roztworu chlorku żelazowego, 8 kropli roztworu nadtlenu wodoru i odstawić na 40 min. Próbki, które zawierają powyżej 5% żelaza i są w całości użyte do oznaczenia nie wymagają dodatku roztworu chlorku żelazowego. Następnie zawartość zlewki przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do objętości 40 cm³, dodać 20 cm³ benzenu oraz 1 cm³ roztworu fioleto krystalicznego i wytrząsać przez 1 min, po czym odstawić do rozdzielenia się faz. Ekstrakt benzenowy przenieść do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³, uzupełnić do kreski benzenem i wymieszać. Po upływie 20 min zmierzyć absorpcję ekstraktu wobec roztworu ślepej próby przy długości fali 590 nm.

Zawartość talu odczytać z krzywej wzorcowej.

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)

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

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

w którym:

- m_1 — zawartość talu odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- m — masa próbki odpowiadająca pobranej do oznaczania części roztworu, g.

1.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości talu

od 0,0002 do 0,0005%	—	0,0001%,
powyżej 0,0005 do 0,001%	—	0,0002%,
powyżej 0,001 do 0,005%	—	0,0005%,
powyżej 0,005 do 0,025%	—	0,0010%,
powyżej 0,025 do 0,10%	—	0,003%,
powyżej 0,10 do 0,5%	—	0,05%.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach i pomiar absorpcji atomowej talu przy długości fali rezonansowej 276,8 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 talu: 0,500 g talu o zawartości minimum 99,99% Tl rozpuścić w 20 cm³ kwasu azotowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 500 µg talu.

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

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do ośmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć biuretą: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu talu. Do każdej kolby dodać po 25 cm³ roztworu kwasu solnego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową talu w odniesieniu do roztworu bez dodatku talu w warunkach przewidzianych w instrukcji roboczej danego spektrofotometru i na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

2.4.2. Przebieg analizy. Odważkę 0,5 ÷ 2,0 g próbki rozpuścić w zlewce pojemności 400 cm³ w 30 cm³ kwasu solnego i 10 cm³ kwasu azotowego, odparować do gęstości syropu, dodać 25 cm³ roztworu kwasu solnego, rozcieńczyć wodą i ogrzać do rozpuszczenia wytrąconych soli. Całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, po ochłodzeniu dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową talu w odniesieniu do roztworu ślepej próby przy długości fali 276,8 nm, w warunkach podanych w instrukcji roboczej posiadanego spektrofotometru. Równolegle zmierzyć absorpcję serii roztworów wzorcowych. Zawartość talu odczytać z krzywej wzorcowej.

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

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

w którym:

- c — stężenie talu w roztworze próbki, µg/cm³,
- c_1 — stężenie talu w roztworze ślepej próby, µg/cm³,
- V — objętość roztworu, cm³,
- m — odważka próbki, g.

2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości talu

od 0,015 do 0,025%	—	0,002%,
powyżej 0,025 do 0,1%	—	0,005%,
powyżej 0,1 do 0,5%	—	0,02%.

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 Marian Świercz i inż. Bogusław Kończak — Zakłady Górniczo-Hutnicze BOLESŁAW w Bukowinie.