

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 Oznaczenie zawartości chloru	0818-01/22
		Grupa katalogowa 0139

1. METODA MIARECZKOWA

1.1. Zasada oznaczania. Ługowanie jonów chlorkowych 5% roztworem kwasu azotowego, wytrącenie azotanem srebra i odmiareczkowanie nadmiaru azotanu srebra roztworem rodanku potasowego wobec alunu żelazowo-amonowego jako wskaźnika.

1.2. Odczynniki i roztwory

a) Woda podwójnie destylowana, wolna od chloru.
b) Kwas azotowy (1,4), roztwór 5%V/V wolny od chloru.

c) Siarczan żelazowo-amonowy, roztwór 30%*m/V*.

d) Azotan srebrowy roztwór o $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$: 16,9888 g azotanu srebrowego rozpuścić w wodzie, dopełnić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ do kreski wodą i wymieszać. 1 cm³ roztworu odpowiada 0,002546 g Cl.

e) Rodanek potasowy, roztwór o $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$: 9,7184 rodanku potasowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić do kreski wodą i wymieszać.

1.3. Wykonanie oznaczania. W zależności od przewidywanej zawartości chloru do kolby stożkowej pojemności 750 cm³, odważyć 2 ÷ 20,0 g próbki, dodać 300 cm³ roztworu kwasu azotowego, przykryć kolbę szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na 3 ÷ 4 h, mieszając roztwór co pewien czas. Następnie odsączyć nierozpuszczalną pozostałość przez sączek średniej gęstości nie zawierający chloru i przemyć osad zimną wodą do zaniku reakcji kwaśnej. Do przesączu dodać tyle roztworu azotanu srebra, aby jego nadmiar w stosunku do zawartości jonów chlorkowych wynosił 4 ÷ 5 cm³, następnie dodać 1 cm³ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i starannie wymieszać do koagulacji osadu.

Nadmiar azotanu srebra odmiareczkować roztworem rodanku potasowego do wystąpienia czerwono-brunatnego zabarwienia nie znikającego przez kilka minut. Równoległe z próbką badaną przeprowadzić ślepią próbę.

1.4. Obliczanie wyników. Zawartość chloru (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,003546}{m} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu azotanu srebra zużytego do strącania jonów chlorkowych, cm³,

V_2 — objętość roztworu rodanku potasowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru azotanu srebra, cm³,

m — odważka próbki, g,

0,003546 — masa chloru odpowiadająca 1 cm³ roztworu azotanu srebra, g.

1.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości chloru:

od 0,05 do 0,10% — 0,005%,

powyżej 0,10 do 0,50% — 0,01%,

powyżej 0,50 do 1,00% — 0,02%.

2. METODA POLAROGRAFICZNA

2.1. Zasada oznaczania. Ługowanie jonów chlorkowych roztworem kwasu azotowego, oddzielenie nierozpuszczalnej pozostałości i polarograficzne oznaczenie chloru z roztworu o pH 1 ÷ 5 w obecności żelatyny.

Metoda może być stosowana tylko do oznaczania chloru w rudach siarczkowych, galmanowych, odpadach flotacyjnych i innych materiałach powstających w przeróbce mechanicznej rud. Nie należy jej stosować przy analizie odpadów i spieków powstających w ogniowej przeróbce rud.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Woda podwójnie destylowana, wolna od chloru,

b) Kwas azotowy, roztwór 5%*m/V* wolny od chloru.

c) Żelatyna, roztwór 0,5%*m/V*, wolny od chloru.

d) Roztwór wzorcowy chloru: 4,2058 g chlorku potasowego wysuszonego w temperaturze 105°C rozpuścić w wodzie i dopełnić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ do kreski. 1 cm³ roztworu zawiera 0,002 g Cl.

2.3. Aparatura. Polarograf z pełnym wyposażeniem.

2.4. Wykonanie oznaczania. Odważkę próbki wg tablicy umieścić w suchej kolbie stożkowej pojemności

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)

300 cm³, dodać 100 cm³ roztworu kwasu azotowego, odmierając go pipetą lub biuretą, a następnie dobrze wymieszać. Po dodaniu roztworu kwasu azotowego może nastąpić niewielkie pienie się roztworu, wydzielanie gazów i wzrost temperatury. Należy wtedy energicznie, mieszając roztwór oziębic kolbę w strumieniu zimnej wody.

Po upływie 15 ÷ 20 min zakryć kolbę korkiem i zamocować we wstrząsarce lub rotatorze i wytrząsać przez 1 h. W przypadku nieposiadania urządzenia do wytrząsania można roztwór w kolbie pozostawić 3 ÷ 4 h lub na noc, od czasu do czasu energicznie mieszając. Po wyługowaniu chlorków i opadnięciu osadu, część roztworu (50 cm³) przenieść do próbki wirówkowej i odwirować osad, stosując szybkość wirowania 2000 obrotów/min i czas wirowania 15 min. Można także odsączyć roztwór przez miękki sączek nie zawierający chloru.

W zależności od przewidywanej zawartości chloru w badanej próbce, przygotować roztwór do pomiarów polarograficznych wg tablicy.

W tym celu do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ odmierzyć taką objętość roztworu wzorcowego chloru, aby dodatek odpowiadał 0,8 ÷ 1,2 przewidywanej zawartości chloru w badanej próbce. Roztwór odparować na łaźni wodnej do sucha, wsypać odważkę próbki wg tablicy, dodać 100 cm³ roztworu kwasu azotowego i postępować dalej jak z próbką badaną. Wykonać najpierw pomiar polarograficzny próbki z dodatkiem wzorca, a następnie samej próbki bez wzorca.

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

$$X = \frac{h \cdot m_1}{(H - h) \cdot m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- h — wysokość fali badanego roztworu, mm,
- m_1 — zawartość chloru w dodanym roztworze wzorcowym, g,
- H — wysokość fali roztworu dodatkiem roztworu wzorcowego chloru, mm,
- m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g.

Zawartość chloru %	Odważka próbki g	Objętość roztworu po- brana po odwirowaniu cm ³	Końcowa objętość roztworu cm ³	Objętość roztworu żelatyny cm ³
od 0,001 do 0,01	20	25	25	1
powyżej 0,01 do 0,03	20	20	50	2
powyżej 0,03 do 0,06	20	20	50	2
powyżej 0,06 do 0,10	20	5	50	2
powyżej 0,10 do 0,20	10	5	50	2

Przed pomiarem polarograficznym sprawdzić pH papierkiem wskaźnikowym i w razie potrzeby zakwasić roztworem kwasu azotowego. W roztworze o pH 1 ÷ 5 rejestrować anodową falę chloru w zakresie potencjałów od plus 0,3 V do minus 0,5 V wobec anody rtęciowej lub elektrody węglowej.

Równoległe z próbką badaną należy przygotować próbkę z dodatkiem roztworu wzorcowego chloru.

2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości chloru:

- od 0,001 do 0,0050% — 0,0005%,
- powyżej 0,005 do 0,010% — 0,0008%,
- powyżej 0,010 do 0,050% — 0,002%
- powyżej 0,050 do 0,10% — 0,005%,
- powyżej 0,10 do 0,20% — 0,010%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych w Gliwicach.

2. Istotne zmiany w stosunku do ZN-72/MPC-MN-02832. Dodano metodę polarograficzną.

Dotychczas obowiązująca ZN-72/MPC-MN-02832 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1987 r.

3. Autorzy projektu normy — mgr M. Świercz i inż. B. Kończak — Zakłady Górniczo-Hutnicze BOLESŁAW w Bukowniu.