

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	0818-01/24
	Oznaczanie zawartości sodu	Grupa katalogowa 0139

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach i pomiar absorpcji atomowej sodu przy fali rezonansowej o długości 589,6 nm.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18).
- b) Kwas azotowy (1,4).
- c) Kwas fluorowodorowy (1,13).
- d) Kwas borowy.
- e) Wzorcowy roztwór sodu:

Roztwór A. 2,542 g chlorku sodowego uprzednio wysuszonego rozpuścić w wodzie. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg sodu.

Roztwór B. 10 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,02 mg sodu.

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

4. Wykonanie oznaczania

a) Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć 0; 2,0; 4,0; 5,0; 7,0; 8,0 i 10,0 cm³ roztworu wzorcowego B, dodać po 2 cm³ kwasu solnego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową sodu bezpośrednio przed i po pomiarze absorpcji roztworów badanych. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

b) Przebieg analizy. W przypadku zawartości krzemu do 5% odważyć próbkę o masie wg tablicy umieścić w zlewce pojemności 400 cm³ (stosować jeden gatunek szkła w całym przebiegu analizy), dodać 20 cm³ kwasu azotowego, 10 cm³ kwasu solnego, odparować powoli do suchej pozostałości i dodać 10 cm³ kwasu solnego. W przypadku zawartości krzemu powyżej 5% odważyć próbkę umieścić w zlewce teflonowej pojemności

400 cm³ rozpuścić w poprzednio opisany sposób, ostudzić, dodać 10 cm³ kwasu fluorowodorowego i ogrzewać. Następnie ostudzić i dodać 0,5 g kwasu borowego w celu usunięcia nadmiaru fluorków i rozpuszczenia ewentualnie wytrąconych fluorków żelaza. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności wg tablicy. Uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. W zależności od spodziewanej zawartości sodu w próbce stosować rozcieńczenia wg tablicy

Zawartość sodu %	Odważka g	Pojemność kolby pomiarowej cm ³	Objętość odebranej części roztworu cm ³
od 0,01 do 0,2	1	100	20/100
powyżej 0,2 do 5,0	0,5	500	10/100

Zmierzyć absorpcję atomową sodu w roztworze próbki analizowanej równoległe z roztworami wzorcowymi. Zawartość sodu odczytać z krzywej wzorcowej.

5. Obliczanie wyników. Zawartość sodu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{10\,000 \cdot m} \cdot 100$$

w którym:

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

6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń — przy zawartości sodu:

- od 0,01 do 0,2% — 0,010%,
- powyżej 0,2 do 5,0% — 0,020%.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

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)

INFORMACJE DODATKOWE

1. **Instytucja opracowująca normę** — Instytut Metali Nieżelaznych w Gliwicach.
2. **Autorzy projektu normy** — mgr M. Wójcik i mgr K. Zdybiewska — Zakłady Górniczo-Hutnicze ORZEŁ BIAŁY.