

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	0818-01/27
	Oznaczenie zawartości indu	
		Grupa katalogowa 0139

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasu solnego i azotowego z ewentualnym odpędzeniem krzemionki, działaniem kwasu fluorowodorowego i siarkowego, współstrącenie indu z wodorotlenkiem żelaza i oznaczenie go metodą absorpcji atomowej przy długości fali rezonansowej 303,9 nm, w płomieniu acetylen-powietrze.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory 1+1, 1+5.
- b) Kwas azotowy (1,40).
- c) Kwas fluorowodorowy (1,13).
- d) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- e) Amoniak (0,91) i roztwór 5+95.
- f) Azotan amonowy.
- g) Wzorcowy roztwór indu: 0,500 g indu o zawartości minimum 99,99% indu umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać 25 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), pozostawić do rozpuszczenia metalu, a następnie dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 500 μg In.

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

4. Wykonanie oznaczania

A. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do dziewięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ dodać kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10,0 cm³ wzorcowego roztworu indu. Do każdej kolby dodać po 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5), dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Pomiar absorpcji roztworów wzorcowych należy wykonać przed i po pomiarze absorpcji roztworów analizowanych.

B. Przebieg analizy

a) Przy analizie rudy blendowej i galmanowej, nადawy i odpadów flotacyjnych, odważyć 2 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, zwilżyć wodą, dodać 30 cm³ kwasu solnego i odczekać aż ustanie burzliwa reakcja, po czym dodać 10 cm³ kwasu azotowego i odparować do konsystencji gęstego syropu. Dodać 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), ogrzać do rozpuszczenia wytrąconych soli, a następnie roz-

cieńczyć wodą do objętości około 200 cm³ i podgrzać do temperatury 60 ÷ 70°C. Do gorącego roztworu, przy ciągłym mieszaniu, dodawać małymi porcjami amoniak do pełnego wytrącenia wodorotlenku żelaza, a następnie jeszcze 10 cm³ nadmiaru odczynnika. Zlewkę odstawić na kilka minut do skoagulowania osadu, po czym sączyć na gorąco przez miękki sączek. Osad na sączku przemyć najpierw kilka razy gorącym roztworem amoniaku, a następnie gorącą wodą. Przesącz odrzucić. Osad na sączku rozpuścić w 20 cm³ gorącego roztworu kwasu solnego (1+1), dodając go małymi porcjami. Sączek dobrze wymyć gorącą wodą. Przesącz zebrać w zlewce pojemności 250 cm³. W celu usunięcia nadmiaru kwasu solnego, zawartość zlewki odparować do wilgotnej pozostałości, dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5), lekko podgrzać i całość przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³. Po ochłodzeniu zawartość kolby dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Równoległe z analizowaną próbką prowadzić ślepą próbę. Zmierzyć absorpcję atomową roztworu wobec roztworu ślepej próby w płomieniu acetylen-powietrze, przy długości fali 303,9 nm, zgodnie z warunkami podanymi w instrukcji roboczej stosowanego spektrofotometru. Równoległe z roztworami analizowanymi zmierzyć absorpcję serii roztworów wzorcowych i odczytać zawartość indu z krzywej wzorcowej.

b) Przy analizie odpadów piecowych, żużła Dörschla i innych materiałów hutniczej przeróbki ogniowej, odważyć 1 ÷ 2 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, zwilżyć wodą, dodać 30 cm³ kwasu solnego oraz 10 cm³ kwasu azotowego i odparować do gęstości syropu. W celu utlenienia węgla, który zwykle jest obecny w ww. materiałach, dodać 1 ÷ 2 g azotanu amonowego i energicznie ogrzewać. Czynność tę powtarzać aż do całkowitego utlenienia substancji organicznych. Zawartość w zlewce rozpuścić w 10 cm³ roztworu kwasu solnego (1+5) i całość przenieść do naczynia teflonowego, a następnie dodać 10 cm³ kwasu fluorowodorowego i 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego i ogrzewać do pojawienia się gęstych par kwasu siarkowego. Opłukać ostrożnie wodą ścianki naczynia, do-

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)

dać 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i całość przenieść do zlewki pojemności 400 cm³, rozcieńczyć wodą do około 200 cm³, ogrzać do temperatury 60 ÷ 70°C i amoniakiem strącić wodorotlenek żelaza. Dalej postępować wg poz. a).

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

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

w którym:

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

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

- od 0,005 do 0,025% — 0,002%,
- powyżej 0,025 do 0,10% — 0,005%,
- powyżej 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. Zrezygnowano z metody ekstrakcyjno-polarograficznej jako mało selektywnej oraz uciążliwości ekstrakcji eterowej. Metoda absorpcji atomowej

zapewnia dostateczną czułość i charakteryzuje się dobrą selektywnością.

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

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