

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi	0828-08 Arkusze 01
	Oznaczanie zawartości miedzi	Grupa katalogowa III 59

1. METODA OBJĘTOŚCIOWA

1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, związanie jonów żelaza w kompleks fluororkowy, redukcja Cu (II) do Cu (I) za pomocą jodku potasowego i miareczkowanie równoważnej ilości wydzielonego jodu roztworem tiosiarczanu w obecności skrobi.

1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,4).
- b) Kwas siarkowy (1,83) i roztwór 1+1.
- c) Kwas solny (1,18).
- d) Mieszanina utleniająca: kwas azotowy (1,4) i kwas siarkowy (1,83) w stosunku 3:2.
- e) Kwaśny fluorek amonowy.
- f) Jodek potasowy, roztwór 50-procentowy.
- g) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 0,5-procentowy świeżo przygotowany.

h) Tiosiarczan sodowy, roztwór 0,1N: 24,8 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 300 cm³ uprzednio przegotowanej i ochłodzonej wody, przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać 0,01 g kwaśnego węglanu sodowego i 0,03 mg chloroformu w celu zwiększenia trwałości roztworu, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i pozostawić na 6 do 8 dni.

Nastawienie miana roztworu tiosiarczanu sodowego: do 3 kolb stożkowych odważyć od 0,10 do 0,15 g miedzi, rozpuścić w 10 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1) i odparować do około 1 cm³, dodać 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i odparować do sucha. Osad siarczanu miedziowego rozpuścić na gorąco w 25 do 50 cm³ wody, dodać 2 cm³ 10-procentowego ałunu żelazowo-amonowego oraz małymi porcjami kwaśnego fluorku amonowego do związania żelaza w kompleks (nie dodawać dużego nadmiaru). Następnie dodać 5 cm³ roztworu jodku potasowego, kolbę przykryć szkiełkiem zegarkowym i pozostawić w ciemnym miejscu na 10 do 15 min. Wydzielony jod miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi dodanej pod koniec miareczkowania.

Miano roztworu (K) tiosiarczanu sodowego w gramach miedzi na 1 cm³ obliczyć według wzoru

$$K = \frac{m}{V} \quad (1)$$

w którym:

V - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

m - masa miedzi użytej do wyznaczenia miana, g.

1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g żużla konwertorowego lub 0,5 g pyłu szybowego lub 0,25 g kamienia miedziowego do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ z szeroką szyjką, zwilżyć wodą, dodać 10 ± 15 cm³ kwasu solnego i ogrzewać około 15 min. Następnie dodać 5 ± 10 cm³ kwasu azotowego, kolbę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do wydzielania tlenków azotu. Szkiełko zegarkowe spłukać wodą, roztwór odparować do objętości około 2 ± 3 cm³, ochłodzić, dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i odparować roztwór do sucha. Jeżeli utlenienie próby jest niecałkowite, dodawać porcjami po 1 cm³ mieszaniny utleniającej do uzyskania białej pozostałości, a następnie roztwór odparować do sucha. Do ochłodzonej pozostałości dodać 50 cm³ wody, roztwór zagotować do rozpuszczenia osadu, dodać kwaśnego fluorku amonowego w niewielkim nadmiarze i dalej wykonać oznaczenie, jak przy mianowaniu tiosiarczanu sodowego.

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

$$X = \frac{V \cdot K}{m} \quad (2)$$

w którym:

V - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania miedzi, w próbce, cm³,

K - miano roztworu tiosiarczanu sodowego wyrażone w gramach miedzi na 1 cm³ roztworu,

m - masa próbki, g.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
dnia 21 marca 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1978 poz. 67)

1.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości miedzi:

od 2,0 do 5,0‰ - 0,08‰,
 powyżej 5,0 do 10,0‰ - 0,10‰,
 powyżej 10,0 do 20,0‰ - 0,15‰,
 powyżej 20,0 do 30,0‰ - 0,20‰,
 powyżej 30,0 do 40,0‰ - 0,30‰,
 powyżej 40,0 do 50,0‰ - 0,40‰,
 powyżej 50,0‰ - 0,50‰.

2. METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, rozcieńczenie 0,2N roztworem kwasu solnego w kolbie pomiarowej i pomiar absorpcji atomowej miedzi przy fali rezonansowej o długości 324,7 nm.

2.2. Aparatura. Spektrofotometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla miedzi (katoda węgkowa), płomień acetylen-powietrze.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 2N.

b) Kwas azotowy (1,4).

c) Wzorcowy roztwór miedzi: 0,1 g miedzi rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego, odparować do wilgotnej pozostałości, dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,18), odparować do połowy objętości, ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej 1 dm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu zawiera 0,1 mg Cu.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 26 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0; 14,0; 15,0; 16,0; 17,0; 18,0; 19,0; 20,0; 21,0; 22,0; 23,0; 24,0 i 25,0 cm³ wzorcowego roztworu miedzi, wprowadzić 10 cm³ 2N roztworu kwasu solnego, uzupełnić wodą

do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową miedzi równoległe z roztworami badanych próbek.

2.5. Wykonanie oznaczania. 0,2 g żuźla szybowego lub pyłu konwertorowego umieścić w zlewce pojemności 250 cm³, zwilżyć wodą i rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego i 10 cm³ kwasu solnego (1,18) i odparować do wilgotnej pozostałości, dodać 5 cm³ kwasu solnego (1,18) i odparować do wilgotnej pozostałości. Następnie wprowadzić odpowiednio 10 lub 25 cm³ 2N roztworu kwasu solnego i około 20 cm³ wody, zagotować do rozpuszczenia się soli i ochłodzić. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ (przy spodziewanej zawartości miedzi do 1%) lub 250 cm³ (przy zawartości miedzi 1 ÷ 3%), uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Równoległe prowadzić ślepą próbę, dodając wszystkie odczynniki stosowane przy wykonywaniu oznaczania. Zmierzyć absorpcję atomową miedzi równoległe z roztworami wzorcowymi.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość miedzi (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{(a-b) \cdot V}{m} \quad (3)$$

w którym:

a - zawartość miedzi w badanym roztworze odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

b - zawartość miedzi w próbce ślepej odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V - objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru absorpcji, cm³,

m - masa próbki, g.

2.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości miedzi:

od 0,10 do 0,50‰ - 0,01‰,

powyżej 0,50 do 1,00‰ - 0,02‰,

powyżej 1,00 do 3,00‰ - 0,05‰.

K O N I E C