

|                                     |   |   |
|-------------------------------------|---|---|
| HUTNICTWO<br>METALI<br>NIEŻELAZNYCH | NORMA BRANŻOWA  | <b>BN-78</b><br><b>0828-08</b><br>Arkusz 03 |
|                                     | <b>Analiza chemiczna</b><br><b>półproduktów hutniczych miedzi</b><br>Oznaczanie zawartości siarki |   |
|                                     | Grupa katalogowa III 59   |   |

1. Zasada oznaczania. Zależnie od rodzaju materiału rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów lub przeprowadzenie siarki w rozpuszczalne siarczany przez spiekanie z tlenkiem cynkowym i węglanem sodowym oraz wagowe oznaczanie w postaci siarczynu barowego.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1, 4).
- b) Brom.
- c) Kwas solny (1, 18) oraz roztwory 2+1 i 5+95.
- d) Mieszanina do spiekania; 3 części bezwodnego węglanu sodowego rozetrzeć w moździerzu agatowym z 2 częściami tlenku cynkowego.
  - e) Nadtlenek sodowy.
  - f) Czterochlorek sodowy, roztwór 5-procentowy.
  - g) Nadtlenek wodoru, roztwór 30-procentowy.
  - h) Czterochlorek węgla.
  - i) Oranż metalowy, roztwór 0, 1-procentowy.
  - j) Amoniak (0, 91) i roztwór 5+95.
  - k) Chlorek barowy, roztwór 10-procentowy.
  - l) Roztwór do przemywania; 10 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu chlorku barowego i 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1, 18) dopełnić wodą do 1 dm<sup>3</sup>.
  - ł) Kwas siarkowy (1, 83), roztwór 1+1.
  - m) Kwas fluorowodorowy (1, 13).

3. Wykonanie oznaczania

a) Pyły konwertorowe i szybowe. Odważyć 1 g próbki i zmieszać dokładnie w tyglu porcelanowym z 10 g mieszaniny do spiekania. Powierzchnie przysypać cienką warstwą mieszaniny. Tygiel wstawić 10 ÷ 15 min na brzeg pieca, a następnie ogrzewać przez 1,5 ÷ 2 h w temperaturze 750 ÷ 800°C, aż do otrzymania dobrego spieku. Tygiel ze spiekem umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 100 ÷ 150 cm<sup>3</sup> gorącej wody, ogrzewać do wrzenia często mieszając, aż do całkowitego wyługowania spieku. Tygiel wyjąć, przemyć gorącą wodą i, jeżeli otrzymany roztwór jest zabarwiony, dodać kilka kropli roztworu nadtlenku wodoru. Nierozpuszczalny osad odsączyć przez średni sączonek i przemyć gorącym roztworem węglanu sodowego do całkowitego usunięcia jonów siarczanowych. Przesącz zebrać

do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, po ochłodzeniu roztwór dopełnić do kreski i dobrze wymieszać. Pobrać 250 cm<sup>3</sup> roztworu do zlewki pojemności 600 cm<sup>3</sup> i zakwaszyć roztworem kwasu solnego (1+1) wobec oranżu metylowego, rozcieńczyć wodą do objętości 350 ÷ 400 cm<sup>3</sup>, optukując wewnętrzne ścianki zlewki, ogrzać do wrzenia w celu całkowitego usunięcia dwutlenku węgla, a następnie za pomocą roztworu amoniaku (5+95) doprowadzić roztwór do pH około 7 (roztwór obojętny) i wprowadzić 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (2+1). Roztwór ogrzać do wrzenia i dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku barowego, a następnie pozostawić na kilka godzin. Osad odsączyć przez twardy sączonek i przemyć 3 ÷ 5 razy gorącym roztworem do przemywania, a następnie kilkakrotnie gorącą wodą. Sączonek z osadem umieścić w uprzednio wyprażonym i zważonym tyglu platynowym lub porcelanowym, wysuszyć i ostrożnie spalić w niskiej temperaturze. Następnie wyprażyć w temperaturze 800 ÷ 850°C do uzyskania stałej masy, ochłodzić w eksykatorze i zważyć.

b) Kamień miedziowy. Odważyć 0,5 g próbki, umieścić w zlewce pojemności 600 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody, 5 cm<sup>3</sup> czterochlorku węgla i 20 cm<sup>3</sup> bromu, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i pozostawić na 30 min, mieszając okresowo. Następnie dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i ponownie pozostawić na 30 min, mieszając okresowo. Następnie umieścić zlewkę w ciepłym miejscu, stopniowo, ostrożnie ogrzewać aż do usunięcia bromu oraz czterochlorku węgla i odparować do wilgotnej pozostałości. Spłukać ścianki zlewki wodą i odparować do wilgotnej pozostałości. Wprowadzić 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku sodowego i odparować dwukrotnie z 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (2+1). Następnie dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (2+1) i 100 cm<sup>3</sup> wody, podgrzać do rozpuszczenia soli, dodać amoniaku (0, 91) do wytrącenia wodorotlenków oraz około 5 cm<sup>3</sup> nadmiaru w celu przejścia miedzi w rozpuszczalny kompleks amoniakalny. Pozostawić 15 min w temperaturze około 80°C, po czym przesączyć przez miękki sączonek do zlewki pojemności 600 cm<sup>3</sup>, osad przemyć kilkakrotnie gorącym roztworem amoniaku (5+95). Wytrącanie powtórzyć po spłu-

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)