

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-78 <hr/> 0828-08 Arkusz 09
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi Oznaczanie zawartości srebra	
	Grupa katalogowa III 59	

1. Zasada oznaczania. Zależnie od rodzaju materiału rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym lub mieszaninie kwasów i utworzenie anionu zespolonego z kwasem solnym i pomiar absorpcji atomowej przy fali rezonansowej 328,1 nm.

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

3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,4) i roztwory 1+1, 2N.
- b) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- c) Kwas solny (1,18).
- d) Woda destylowana nie zawierająca śladów chlorków.
- e) Kwas fluorowodorowy, 40-procentowy.
- f) Roztwór wzorcowy srebra: 0,1 g srebra rozpuścić w 10 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, uzupełnić wodą i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,1 mg Ag.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej

- a) Do 9 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 i 8,0 cm³ wzorcowego roztworu srebra, wprowadzić 10 cm³ 2N roztworu kwasu azotowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową srebra równolegle z roztworami badanych próbek.
- b) Do 6 kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć: 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5 i 5,0 cm³ wzorcowego roztworu srebra, dodając do każdej 25 cm³ kwasu solnego (1,18), dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową srebra przed lub po pomiarze absorpcji roztworów badanych.

5. Wykonanie oznaczania

- a) Kamień miedziowy, pył szczybowy i konwertorowy, żużel konwertorowy, 0,25 g próbki umieścić w zlewce pojemności 150 cm³, zwilżyć kilkoma kroplami wody, dodać 10 cm³ kwasu azotowego (1,4) i ogrzewać powoli pod przykryciem

w ciągu 1 h. Usunąć szkiełko zegarkowe, odparować roztwór do syropu. W razie spodziewanej zawartości do 0,05% Ag dodać 2,5 cm³, a przy zawartości 0,05 + 0,14% Ag dodać 5,0 cm³ 2N roztworu kwasu azotowego. Ogrzać do rozpuszczenia soli, ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności odpowiednio 25 lub 30 cm³, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać. Po opadnięciu osadu na dno kolby pomiarowej, zmierzyć absorpcję atomową srebra równolegle z roztworami wzorcowymi przygotowanymi wg 4a).

b) **Żużel szczybowy.** 2 g próbki umieścić w parownicy platynowej, zwilżyć kilkoma kroplami wody, wprowadzić 20 cm³ kwasu azotowego (1,4) i 20 cm³ kwasu fluorowodorowego, odparować do suchości. Po ochłodzeniu zwilżyć wodą, dodać 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i 5 cm³ kwasu fluorowodorowego. Odparować ponownie do suchości. Wprowadzić 15 cm³ kwasu solnego, 10 cm³ wody i zagotować. Po ochłodzeniu przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową srebra równolegle z roztworami wzorcowymi przygotowanymi wg 4b).

6. Obliczanie wyników. Zawartość srebra (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = \frac{b \cdot V}{m} \cdot 100$$

w którym:

- b - zawartość srebra w roztworze próbki odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V - objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru absorpcji, cm³,
- m - masa próbki, g.

7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości srebra:

- od 0,001 do 0,005% - 0,0005%,
- powyżej 0,005 do 0,02% - 0,001%,
- powyżej 0,02 do 0,05% - 0,002%,
- powyżej 0,05 do 0,13% - 0,003%.

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)