

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi	0828-08/13
	Oznaczanie zawartości chloru	
		Grupa katalogowa 0359

1. METODA TURBIDYMETRYCZNA

1.1. Zasada oznaczania — ługowanie próbki w roztworze kwasu azotowego, wytrącenie jonu chlorkowego przez dodanie mianowanego roztworu azotanu srebra i pomiaru intensywności zmętnienia roztworu przy długości fali 490 nm.

1.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy (1,4), roztwory 39+100 i 1+4.
- b) Amoniak (0,91), roztwór 1+1.
- c) Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$: 16,9888 g azotanu srebrowego rozpuścić w 250 cm³ wody, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu odpowiada 0,00356 g chloru.

d) Glikol etylenowy.

e) Woda podwójnie destylowana.

f) Wzorcowe roztwory chlorków:

Roztwór A. 1,6486 g NaCl uprzednio wyprażonego w temperaturze 400°C rozpuścić w 100 cm³ wody. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg chlorków.

Roztwór B. 10 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,01 mg chlorków.

Roztwór B przygotować bezpośrednio przed użyciem.

1.3. Aparatura. Spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksimum rozpuszczalności w zakresie 470 ÷ 510 nm.

1.4. Wykonanie oznaczania

1.4.1. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno: 0; 2,5; 5,0; 7,0 i 10,0 cm³ roztworu wzorcowego B, dodać po 2 cm³ roztworu kwasu azotowego (39+100), po 2 cm³ roztworu azotanu srebrowego i po 2 cm³ glikolu etylenowego, mieszając roztwór po dodaniu każdego odczynnika. Roztwory uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i wstawić do ciemnego miejsca na 20 min. Zmierzyć absorpcję roztworów w kuwe-

tach 2 cm przy długości fali 490 nm w odniesieniu do roztworu nie zawierającego chlorków.

1.4.2. Przebieg analizy. Do zlewki pojemności 250 cm³ odważyć 5 g próbki, dodać 100 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+4), przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać nie dopuszczając do wrzenia przez 1,5 h. Po ochłodzeniu przenieść roztwór wraz z osadem do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i przesączyć. W zależności od przewidywanej zawartości chlorków, odmierzyć podwójnie odpowiednie ilości roztworu wg tablicy i zubożyć roztworem amoniaku.

Zawartość chlorków %	Objętość roztworu cm ³
0,005 do 0,01	25
powyżej 0,01 do 0,05	10

Zubożone roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ i dalej postępować wg 1.4.1 nie dodając do jednej z kolb roztworu azotanu srebrowego. Roztwór bez dodatku azotanu srebrowego stosować do pomiaru jako roztwór porównawczy.

1.5. Obliczanie wyników. Zawartość chlorków (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — zawartość chlorków odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki odpowiadająca odebranej części roztworu, g.

1.6. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać — przy zawartościach chlorków:

od 0,005 do 0,01% — 0,0008%,

powyżej 0,01 do 0,02% — 0,004%,

powyżej 0,02 do 0,05% — 0,006%.

2. METODA POTENCJOMETRYCZNA

2.1. Zasada oznaczania — ługowanie jonów chlorkowych roztworem kwasu azotowego i potencjometryczne miareczkowanie azotanem srebrowym.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 19 października 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1991, poz. 2)

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4), roztwór 1+4.

b) Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$: 16,9888 g azotanu srebrowego rozpuścić w 250 cm^3 wody, roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm^3 roztworu odpowiada 0,00356 g chloru.

c) Woda potrójnie destylowana, nie zawierająca chlorków.

2.3. Aparatura

a) Urządzenie do potencjometrycznego miareczkowania.

b) Elektroda srebrowa i siarczano-rtęciowa lub kalomelowa z mostkiem wypełnionym KNO_3 .

2.4. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 cm^3 odważyć $1,0 \div 20 \text{ g}$ próbki w zależności od przewidywanej zawartości chlorków, dodać 300 cm^3 roztworu kwasu azotowego, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać nie dopuszczając do wrzenia przez 1,5 h. Następnie ochłodzić, przenieść roztwór wraz z osadem do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i przesączyć. Odebrać 250 cm^3 roztworu do zlewki pojemności 400 cm^3 i miareczkować potencjometrycznie roz-

tworem azotanu srebrowego do skoku potencjału. Równolegle wykonać ślełą próbę.

2.5. Obliczanie wyników. Zawartość chlorków (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,003545}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotanu srebrowego o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, zużytego do zmiareczkowania próbki, cm^3 ,

V_1 — objętość roztworu azotanu srebrowego o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, zużytego do zmiareczkowania ślepej próbki, cm^3 ,

0,003545 — ilość chlorków odpowiadająca 1 cm^3 roztworu azotanu srebrowego, g/cm^3 ,

m — ilość próbki w analizowanym roztworze, g.

2.6. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać — przy zawartości chloru:

od 0,05 do	0,10%	— 0,005%,
powyżej 0,10 do	0,50%	— 0,01%,
powyżej 0,50 do	1,0%	— 0,02%,
powyżej 1,0 do	5,0%	— 0,05%,
powyżej 5,0 do	10,0%	— 0,1%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.

2. Autor projektu normy — mgr inż. Henryka Matusiak — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.