

<b>HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH</b>	<b>N O R M A   B R A N Ż O W A</b>	<b>BN-87</b>
	Analiza chemiczna miedzi	<b>0828-10/05</b>
	<b>Oznaczenie zawartości chromu</b>	
		Grupa katalogowa 0359

**1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów azotowego i siarkowego, elektrolityczne oddzielenie miedzi, odparowanie elektrolitu do sucha, rozkład powstałego siarczynu amonowego w temperaturze około 400°C, utlenienie Cr (III) do Cr (VI) roztworem nadmanganianu potasowego w roztworze kwasu siarkowego o  $c = 0,2 \text{ mol/dm}^3$ , usunięcie nadmiaru utleniono za pomocą azydki sodowej i spektrofotometryczne oznaczenie Cr (VI) w postaci kompleksu z dwufenylokarbazydem, w roztworze kwasu siarkowego o  $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , przy długości fali 544 nm.

### 2. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina kwasów: 300 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego (1,83) wlać do 700 cm<sup>3</sup> wody zawierającej 210 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,4).

b) Kwas siarkowy (1,83), roztwór o  $c = 1 \text{ mol/dm}^3$ .

c) Nadmanganian potasowy, roztwór o  $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ .

d) Azydki sodowy (NaN<sub>3</sub>), roztwór 0,25%(m/V).

e) Dwufenylokarbazyd, roztwór acetonowy 0,25%(m/V), świeżo przygotowany.

f) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy, roztwór 1%(m/V).

g) Woda podwójnie destylowana w aparaturze kwarcowej.

h) Wzorcowe roztwory chromu:

**Roztwór A.** 2,8300 g dwuchromianu potasowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 140°C, umieścić w zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>, dodać 100 cm<sup>3</sup> wody, zamieszać, roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera 1 mg chromu.

**Roztwór C** (świeżo przygotowany). 10 cm<sup>3</sup> roztworu B umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu C zawiera 0,001 mg chromu.

**Roztwór D** (świeżo przygotowany). 5 cm<sup>3</sup> roztworu B umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu D zawiera 0,0005 mg chromu.

### 3. Aparatura

a) Spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego lub fotokolorometr z filtrem o maksimum przepuszczalności w zakresie 530 ÷ 550 nm.

b) Elektrolizer i mieszadełko magnetyczne zatopione w masie plastikowej, sprawdzone na zawartość chromu.

### 4. Wykonanie oznaczania

#### A. Przygotowanie krzywych wzorcowych

a) **Dla zawartości 0,00001 ÷ 0,00002% chromu.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 10 cm<sup>3</sup> odmierzyć: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5 i 2,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego D i uzupełnić wodą do objętości 5 cm<sup>3</sup>. Dodać po 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, zamieszać, dodać po 1 cm<sup>3</sup> roztworu dwufenylokarbazydu, rozcieńczyć wodą do kreski, wymieszać i wykonać pomiar absorpcji roztworów przy długości fali 544 nm, w odniesieniu do roztworu nie zawierającego chromu.

b) **Dla zawartości powyżej 0,00002 ÷ 0,00025% chromu.** Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 10 cm<sup>3</sup> odmierzyć: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 i 5,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego C, uzupełnić wodą do objętości 5 cm<sup>3</sup>, dodać po 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i dalej postępować wg poz. a).

**B. Przebieg analizy.** Odważkę próbki wg tablicy umieścić w wysokiej zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym, dodać 45 lub 18 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów i rozpuszczać na gorąco. Uzupełnić wodą do objętości 120 cm<sup>3</sup>, gotować przez 20 min i oziębić roztwór. Wykonać równoległe ślepe próby.

Umieścić w zlewce mieszadełko magnetyczne, nakryć zlewkę dwoma połówkami szkiełka zegarkowego i wydzielić miedź elektrolitycznie przy natężeniu 1 ÷ 2 A i napięciu 2 ÷ 3 V. Prowadzić elektrolizę do całkowitego oddzielenia miedzi, sprawdzając jej obecność przez naniesienie 1 kropli elektrolitu na kwadracik bibuły o powierzchni około 4 cm<sup>2</sup>, nasycony 1 kroplą roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego. Brak żółto-brązowej plamki pochodzącej od kompleksu karbaminianu miedziowego świadczy o nieobecności miedzi w roztworze. Prowadzić elektrolizę jeszcze przez około 15 min.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 30 grudnia 1987 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1988, poz. 6)

Zawartość chromu %	Odważka g	Objętość mieszanki cm <sup>3</sup>
od 0,00001 do 0,00002	5	45
powyżej 0,00002 do 0,0001	5	45
powyżej 0,0001 do 0,00025	2	18

Odparować elektrolit do objętości 30 cm<sup>3</sup>, roztwór przelać do zlewki pojemności 50 cm<sup>3</sup>, przemywając zlewkę 3 ÷ 5 cm<sup>3</sup> wody i odparować do sucha. Resztki powstałej soli amonowej rozłożyć ogrzewając do temperatury około 400°C. Do suchej, oziębionej pozostałości dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego, 5 cm<sup>3</sup> wody, 3 ÷ 5 kropel roztworu nadmanganianu potasowego, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać 15 min, unikając wrzenia roztworu. Odstawić zlewkę i unikając nadmiaru, dodawać kroplami roztwór azydku sodowego, stale mieszając aż do zaniku różowego zabarwienia, pochodzącego od nadmiaru nadmanganianu potasowego. Roztwór oziębować, dodać 1 cm<sup>3</sup> roztworu dwufenylokarbazydu, przelać do

kolby pomiarowej pojemności 10 cm<sup>3</sup> i przemywając zlewkę wodą, uzupełnić zawartość kolby do kreski. Wymieszać roztwór i dalej postępować w zależności od zawartości chromu wg poz. Aa) lub Ab), wykonując pomiar absorpcji w odniesieniu do roztworu ślepej próby.

**5. Obliczanie wyników.** Zawartość chromu ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

$m_1$  — masa chromu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

$m$  — odważka próbki, g.

**6. Różnice** między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać — przy zawartości chromu:

od 0,00001 do 0,00002% — 0,000005%,

powyżej 0,00002 do 0,00005% — 0,00001%,

powyżej 0,00005 do 0,0001% — 0,00002%,

powyżej 0,0001 do 0,00025% — 0,00005%.

K O Ń I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Autor projektu normy — dr inż. Izabella Adamiec — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.