wycof 24 02 97
Oz wycof zob PN-H-04917-02 1997

UKD 622 344 1 546 47 062

| HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH | NORMA BRANŻOWA<br>Analiza chemiczna rud i odpadow cynkowo-ołowiowych<br>Oznaczanie zawartości cynku | BN-86<br>0818-01/02<br><br>Grupa katalogowa 0139 |
|---|---|---|

## 1 METODA KOMPLEKSOMETRYCZNA

**1 1 Zasada metody** — rozpuszczenie probki w mieszaninie kwasow solnego i azotowego, wytrącenie pierwiastkow przeszkadzających w postaci siarczanow i wodorotlenkow, związanie miedzi tiosiarczanem i zmiareczkowanie jonow cynku roztworem EDTA wobec oranzu ksylenolowego

**1 2 Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny (1 18) i roztwor 1+2
b) Kwas azotowy (1,4)
c) Kwas siarkowy (1,83), roztwory 1+1, 3+100
d) Amoniak (0 91) i roztwor 3+1
e) Nadtlenek wodoru, roztwor 30%(*V/V*)
f) Rodanek amonowy, roztwor 20%(*m/V*)
g) Chlorek amonowy, roztwor 2%(*m/V*)
h) Fluorek amonowy roztwor 4%(*m/V*)
i) Tiosiarczan sodowy, roztwor 20%(*m/V*)
j) Azotan amonowy
k) Nadsiarczan amonowy
l) Roztwor buforowy 200 g octanu amonowego rozpuscic w 100 cm$^3$ wody i za pomocą roztworu kwasu octowego (1+100) ustalic pH na 5,6 — 5,8
m) Oranz ksylenolowy, mieszanina z azotanem potasowym w stosunku 1 100
n) Sol dwusodowa kwasu etylenodwuaminoczteroocztowego (EDTA) roztwory o $c$ = 0,1 i $c$ = 0,025 mol/dm$^3$ 37,21 g lub 9,31 g EDTA rozpuscic w wodzie, przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 cm$^3$, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

Miano roztworu wyznaczyc w następujący sposob 0,1 lub 0,25 g cynku o zawartosci minimum 99,99% Zn rozpuscic w kolbie stozkowej pojemnosci 750 cm$^3$ w 10 cm$^3$ roztworu kwasu solnego (1+1), rozcienczyc wodą do objętosci 200 cm$^3$, zobojętnic roztworem amoniaku (1+1) wobec oranzu ksylenolowego do zmiany barwy na fioletową, dodac 15 g siarczanu amonowego, 10 cm$^3$ roztworu buforowego i miareczkowac odpowiednim roztworem EDTA do zmiany barwy czerwonofioletowej na zołtą Miano roztworu ($K$) wyrazone w gramach cynku obliczyc wg wzoru

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

w ktorym
$m$ — odwazka cynku, g,
$V$ — objętosc roztworu EDTA zuzytego do miareczkowania cm$^3$

**1 3 Wykonanie oznaczania** Odwazyc 1 g probki przy zawartosci cynku od 0,5 do 5 0% lub 0,5 g przy zawartosci powyzej 5% Odwazkę umiescic w zlewce pojemnosci 400 cm$^3$ zwilzyc wodą, dodac 15 cm$^3$ kwasu solnego i łagodnie ogrzewac przez około 10 min, po czym dodac 5 cm$^3$ kwasu azotowego i nadal ogrzewac do całkowitego rozpuszczenia probki i odpędzenia tlenkow azotu Następnie dodac 10 cm$^3$ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i ogrzewac do wydzielenia białych par Jezeli probka zawiera substancje organiczne, dodac 1 — 2 g azotanu amonowego i nadal ogrzewac Czynnosc tę, w razie potrzeby, powtarzac az do całkowitego rozkładu substancji organicznej Zlewkę z osadem pozostawic do ochłodzenia, po czym starannie opłukac scianki wodą, rozcienczyc do objętosci około 120 cm$^3$, dodac 10 cm$^3$ roztworu kwasu siarkowego (1+1), a następnie gotowac do rozpuszczenia soli Roztwor odstawic na 2 — 3 h do ochłodzenia przy czym w koncowej fazie chłodzic przez około 30 min w strumieniu zimnej wody w celu pełnego wytrącenia siarczanu ołowiawego Osad odsączyc przez sączek sredniej gęstosci wypełniony masą z bibuły do sączenia i przemywac roztworem kwasu siarkowego (3+100) do zaniku reakcji na zelazo z rodankiem amonowym

Odsączony osad moze byc wykorzystany do oznaczania zawartosci ołowiu metodą kompleksometryczną wg BN-86/0818-01/03 rozdz 2

Do przesączu zebranego w zlewce pojemnosci 400 cm$^3$ dodac roztworu amoniaku do pojawienia się osadu

Zgłoszona przez Instytut Metali Niezelaznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Niezelaznych dnia 9 grudnia 1986 r
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r
(Dz Norm i Miar nr 3/1987 poz 10)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE ALFA 1987 Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 0 50 Nakł 1000 + 40 Zam 286/86 Cena zł 18 00

wodorotlenkow oraz 0,3 — 0,5 g nadsiarczanu amonowego i roztwor zagotowac Do gorącego roztworu dodawac amoniaku do całkowitego wytrącenia wodorotlenkow, a następnie jeszcze 10 cm³ nadmiaru Całosc ogrzewac przez 10 — 15 min w temperaturze 60 — 70°C do skoagulowania osadu, po czym gorący roztwor sączyc przez sączek sredniej gęstosci, zbierając przesącz w kolbie stozkowej pojemnosci 750 cm³ Osad na sączku przemyc roztworem chlorku amonowego Następnie osad z sączka spłukac wodą do naczynia, w ktorym uprzednio przeprowadzono strącanie, dodac 2-3 krople roztworu nadtlenku wodoru rozpuscic osad w 2 — 3 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i ponownie wytrącic wodorotlenki amoniakiem Osad odsączyc przez ten sam sączek co uprzednio, przemyc kilkakrotnie gorącym roztworem chlorku amonowego, a przesącz dołączyc do tego, ktory pozostał po pierwszym strącaniu wodorotlenkow Z połączonych przesączow wygotowac nadmiar amoniaku doprowadzając koncową objętosc do około 200 cm³ Po ochłodzeniu dodac 5 cm³ roztworu fluorku amonowego i około 0,1 g oranzu ksylenolowego Jezeli roztwor zabarwi się na fioletowo kroplami dodawac roztwor kwasu solnego (1+2) do zmiany barwy na zołtą Jezeli roztwor zabarwi się na zołto, dodac tylko 5 — 7 kropli roztworu kwasu solnego Następnie dodac 5 — 10 cm³ roztworu tiosiarczanu sodowego, roztworu amoniaku (1+1) do lekko rozowego zabarwienia i 10 cm³ roztworu buforowego Miareczkowac odpowiednim do zawartosci cynku roztworem EDTA do zmiany barwy z czerwonofioletowej na zdecydowanie zołtą

**1 4 Obliczanie wynikow** Zawartosc cynku ($X$) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \quad K}{m} \quad 100 \qquad (2)$$

w ktorym

$V$ — objętosc roztworu EDTA zuzytego do miareczkowania, cm³

$K$ — miano roztworu EDTA wyrazone w gramach cynku na cm³,

$m$ — odwazka probki, g

**1 5 Dopuszczalne roznice** między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci cynku

od 0 5 do 2% — 0,05%,
powyzej 2 do 5% — 0,10%
powyzej 5 do 10% — 0 15%
powyzej 10 do 20% — 0,20%

## 2 METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

**2 1 Zasada metody** — rozpuszczenie probki w mieszaninie kwasow solnego i azotowego rozcienczenie do stężenia pomiarowego i pomiar absorpcji atomowej cynku przy długosci fali rezonansowej 213 9 nm

**2 2 Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny (1,18) i roztwory 1+1 i o $c$(HCl) = = 2 mol/dm³

b) Kwas azotowy (1,4)

c) Octan amonowy, roztwor 40%($m/V$)

d) Roztwor wzorcowy cynku 0,100 g cynku o zawartosci minimum 99,99% Zn umiescic w kolbie pomiarowej pojemnosci 1000 cm³ i dodac 40 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) Po rozpuszczeniu zawartosc kolby ostudzic, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

1 cm³ roztworu zawiera 0,0001 g cynku

**2 3 Aparatura** — spektrometr do absorpcji atomowej ze zrodłem promieniowania charakterystycznego dla cynku, płomien acetylen-powietrze niebieski, ubogi w paliwo

**2 4 Wykonanie oznaczania**

**2 4 1 Przygotowanie krzywej wzorcowej** Do osmiu kolb pomiarowych pojemnosci 100 cm³ odmierzyc 0, 0 5, 1,0, 1,5, 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 cm³ wzorcowego roztworu cynku, dodac po 10 cm³ roztworu kwasu solnego o $c$(HCl) = 2 mol/dm³ oraz 2 cm³ roztworu octanu amonowego, uzupełnic do kreski wodą i wymieszac Na podstawie otrzymanych wynikow wykreslic krzywą wzorcową

**2 4 2 Przebieg analizy** Odwazkę 0,5 g probki umiescic w zlewce pojemnosci 400 cm³, dodac 15 cm³ kwasu solnego i ogrzewac przez kilka minut w celu odpędzenia siarkowodoru, następnie dodac 5 cm³ kwasu azotowego i odparowac do wilgotnej pozostałosci W przypadku rownoczesnego oznaczania zawartosci ołowiu dodac 10 cm³ roztworu octanu amonowego, gotowac kilka minut do rozpuszczenia siarczanu ołowiawego, po czym dodawac kroplami roztwor kwasu solnego (1+1) do przejscia brunatnej barwy roztworu w słomkowozołtą i dodac jeszcze 20 cm³ nadmiaru tego odczynnika Zawartosc zlewki przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 500 cm³, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Przy zawartosci cynku w probce do 0,5% pomiar absorpcji atomowej wykonac bezposrednio z tego roztworu Przy wyzszych zawartosciach cynku odebrac częsc roztworu do kolby pomiarowej wg tabl 1, dodac po 10 cm³ roztworu kwasu solnego o $c$(HCl) = = 2 mol/dm³, dopełnic wodą do kreski i wymieszac

**Tablica 1**

| Zawartosc cynku % | Objętosc odebranej częsci roztworu cm³ | Objętość roztworu koncowego cm³ |
|---|---|---|
| od 0 2 do 0 5 | całosc | całosc |
| powyzej 0 5 do 5 0 | 25 | 250 |
| powyzej 5 0 do 20 | 10 | 500 |

Rownolegle z analizowaną probką wykonac slepą probę ktora do pomiaru absorpcji atomowej powinna byc tak samo rozcienczona jak probka badana Zmierzyc absorpcję atomową roztworu analizowanego w odniesieniu do roztworu slepej proby oraz rownoległej

serii roztworow wzorcowych i odczytac stężenie cynku z krzywej wzorcowej

**2 5 Obliczanie wynikow** Zawartosc cynku ($X$) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(c - c_1) \quad V}{10\ 000 \quad m} \qquad (3)$$

w ktorym

$c$ — stężenie cynku w roztworze badanej probki, $\mu m/cm^3$

$c_1$ — stężenie cynku w roztworze slepej proby, $\mu m/cm^3$,

$V$ — objętosc roztworu probki, $cm^3$,

$m$ — odwazka probki odpowiadająca odebranej częsci roztworu g

**2 6 Dopuszczalne roznice** między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci cynku

od 0,2 do 0,5% — 0,04%
powyzej 0,5 do 2,0% — 0,08%,
powyzej 2,0 do 5 0% — 0,15%,
powyzej 5,0 do 10,0% — 0,25%,
powyzej 10,0 do 20,0% — 0,35%

## 3 METODA POLAROGRAFICZNA

**3 1 Zasada metody** — rozpuszczenie probki w kwasie solnym i azotowym, zredukowanie zelaza kwasem askorbinowym i polarograficzne oznaczanie cynku w roztworze podstawowym zawierającym chlorek sodowy

**3 2 Odczynniki i roztwory**

a) Kwas solny (1,18)

b) Kwas azotowy (1,40)

c) Oranz metylowy, roztwor 0,1%($m/V$)

d) Amoniak (0,91), roztwor 1+3

e) Klej stolarski, roztwor 1%($m/V$)

f) Roztwor buforowy 385,4 g octanu amonowego i 358 $cm^3$ kwasu octowego 80% rozpuscic w wodzie w kolbie pomiarowej pojemnosci 1000 $cm^3$, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

g) Roztwor podstawowy o pH 3 — 3,5 200 g chlorku sodowego, 12 g rodanku amonowego, 2 g kwasu askorbinowego rozpuscic w wodzie, dodac 1,5 $cm^3$ roztworu buforowego, 2 $cm^3$ roztworu oranzu metylowego, 10 $cm^3$ roztworu kleju stolarskiego przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 $cm^3$, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

h) Roztwor wzorcowy cynku 1,000 g cynku o zawartosci minimum 99 99% Zn rozpuscic ostroznie w 30 $cm^3$ roztworu kwasu solnego (1+1) i odparowac do sucha Do pozostałosci dodac 100 $cm^3$ roztworu kwasu solnego (1+1), przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 100 $cm^3$, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac 1 $cm^3$ roztworu zawiera 0 001 g cynku

**3 3 Aparatura** — polarograf lub oscylopolarograf z pełnym wyposazeniem

**3 4 Wykonanie oznaczania** W zaleznosci od zawartosci cynku w probce stosowac odwazki i rozcienczenia wg tabl 2

**Tablica 2**

| Zawartosc cynku % | Odwazka probki g | Pojemnosc kolby pomiarowej $cm^3$ |
|---|---|---|
| od 0 1 do 0 5 | 1 | 100 |
| powyzej 0 5 do 2 0 | 1 | 200 |
| powyzej 2 0 do 10 | 0 5 | 200 |

Do dwoch zlewek pojemnosci 400 $cm^3$ odwazyc probki o masie wg tabl 2 i do jednej z nich dodac taką ilosc roztworu wzorcowego cynku, aby dodatek odpowiadał 0 8 — 1,2 zawartosci cynku w badanej probce Do obu zlewek dodac po 15 $cm^3$ kwasu solnego i ogrzewac łagodnie do odpędzenia siarkowodoru

Następnie dodac po 5 $cm^3$ kwasu azotowego i odparowac do sucha po czym dodac po 5 $cm^3$ kwasu solnego i odparowac do wilgotnych soli Do obu zlewek dodac po około 50 $cm^3$ roztworu podstawowego, wymieszac, zobojętnic roztworem amoniaku do zabarwienia pomaranczowego (pH 3 — 3,5), całosc przeniesc do kolb pomiarowych pojemnosci wg tabl 2, uzupełnic roztworem podstawowym do kreski i wymieszac Tak przygotowane roztwory odstawic na 10 — 15 min po czym przelac częsc roztworu do naczynek polarograficznych i po 10 — 15 min polarografowac lub wykonac pomiary na oscylopolarografie w zakresie potencjałow od minus 0,7 do minus 1,2 V, w odniesieniu do nasyconej elektrody kalomelowej

**3 5 Obliczanie wynikow** Zawartosc cynku ($X$) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{h \quad m_1}{(H - h)m} \quad 100 \qquad (4)$$

w ktorym

$h$ — wysokosc fali badanego roztworu, mm,

$m_1$ — zawartosc cynku w dodanym roztworze wzorcowym g,

$H$ — wysokosc fali badanego roztworu z dodatkiem wzorcowego roztworu, mm,

$m$ — odwazka probki, g

Przy pomiarach oscylopolarograficznych zamiast wysokosci fali, wstawic zmierzone dla poszczegolnych roztworow wartosci prądowe w $\mu A$

**3 6 Dopuszczalne roznice** między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci cynku

od 0,1 do 0,5% — 0,03%,
powyzej 0,5 do 2,0% — 0,05%,
powyzej 2 0 do 4,0% — 0,07%,
powyzej 4,0 do 6% — 0,10%,
powyzej 6 0 do 8% — 0 15%
powyzej 8,0 do 10% — 0 20%

K O N I E C

Informacje dodatkowe

## INFORMACJE DODATKOWE

**1 Instytucja opracowująca normę** — Instytut Metali Nieżelaznych Gliwice

**2 Istotne zmiany w stosunku do ZN-72/MPC-MN-02832** Dodano metodę absorpcji atomowej Dotychczas obowiązująca ZN-72/MPC MN-02832 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1987 r

**3 Normy związane**

BN 86/0818-01/03 Analiza chemiczna rud i odpadow cynkowo-ołowiowych Oznaczanie zawartosci ołowiu

**4 Autorzy projektu normy** — mgr M Swiercz i inz B Konczak — Zakłady Gorniczo-Hutnicze BOLESŁAW Bukowno