wycof 24 02 97 część wycof. zob ~~PN-H-04917-03/97~~
N 5/97
zastąp PN-H-04917-4.1997

UKD 622 344 1 546 815 062

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA Analiza chemiczna rud i odpadow cynkowo-ołowiowych **Oznaczanie zawartości ołowiu**	BN-86 0818-01/03 Grupa katalogowa 0139

1 METODA POLAROGRAFICZNA

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

1 2 Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18)

b) Kwas azotowy (1,40)

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

d) Roztwor buforowy 385,4 g octanu amonowego i 358 cm³ kwasu octowego 80% rozpuscic w wodzie, przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 cm³, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

e) 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 cm³ roztworu buforowego, 2 cm³ 0,1% roztworu oranzu metylowego, 10 cm³ 1% roztworu kleju przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 cm³, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

f) Roztwor wzorcowy ołowiu 1,000 g ołowiu o zawartosci minimum 99,99% Pb umiescic w zlewce pojemnosci 400 cm³ i rozpuscic w 30 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), całosc przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 cm³, dodac jeszcze 100 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1), uzupełnic do kreski wodą i wymieszac

1 cm³ roztworu zawiera 0,001 g ołowiu

1 3 Aparatura — polarograf lub ocsylopolarograf z pełnym wyposazeniem

1 4 Wykonanie oznaczania W zaleznosci od zawartosci ołowiu w probce stosowac odwazki i rozcienczenia wg tablicy

Zawartosc ołowiu %	Odwazka probki g	Pojemnosc kolby pomiarowej cm³
od 0 1 do 0 5	1 0	100
powyzej 0 5 do 2 0	1 0	200
powyzej 2 0 do 10 0	0 5	200

Do dwoch zlewek pojemnosci 400 cm³ odwazyc probki o masie wg tablicy i do jednej z nich dodac taką ilosc roztworu wzorcowego ołowiu, aby dodatek odpowiadał 0,8 — 1,2 przewidywanej zawartosci ołowiu w badanej probce Do obu zlewek dodac po 15 cm³ kwasu solnego i ogrzewac łagodnie do odpędzenia siarkowodoru Następnie dodac po 5 cm³ kwasu azotowego i odparowac do sucha, po czym dodac ponownie po 5 cm³ kwasu solnego i odparowac do wilgotnych soli Do obu zlewek dodac po około 50 cm³ roztworu podstawowego, wymieszac, zobojętnic roztworem amoniaku do zabarwienia pomaranczowego (pH 3 — 3,5) całosc przeniesc do kolb pomiarowych wg tablicy, uzupełnic roztworem podstawowym do kreski i wymieszac Tak przygotowane roztwory odstawic na 10 min, po czym przelac częsc do naczynek polarograficznych i po 10 — 15 min polarografowac lub wykonac pomiary na oscylopolarografie w zakresie potencjałów od minus 0,2 do minus 0,7 V, w odniesieniu do nasyconej elektrody kalomelowej

1 5 Obliczanie wynikow Zawartosc ołowiu (X) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{h \quad m_1}{H - h \quad m} \quad 100 \qquad (1)$$

w ktorym

h — wysokosc fali badanego roztworu, mm,

m_1 — masa ołowiu w dodanym roztworze wzorcowym, g,

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

m — odwazka probki, g

Przy pomiarach oscylopolarograficznych zamiast wysokosci fali wstawic zmierzone dla poszczegolnych roztworow wartosci prądowe w μA

1 6 Dopuszczalne roznice między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci ołowiu

od 0,1 do 0,5% — 0,03%
powyzej 0,5 do 1,0% — 0,05%,
powyzej 1,0 do 3% — 0,07%,
powyzej 3,0 do 5% — 0,10%,
powyzej 5,0 do 10% — 0,15%

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 45 Nakł 1000 + 40 Zam 287/87 Cena zł 18 00

2 METODA KOMPLEKSOMETRYCZNA

2 1 Zasada metody — rozpuszczenie probki w mieszaninie kwasow solnego i azotowego i w przypadku obecnosci baru oddzielenie ołowiu w postaci tlenochlorku, wydzielenie siarczanu ołowiawego, rozpuszczenie go w octanie amonowym i kompleksometryczne miareczkowanie ołowiu wobec oranzu ksylenolowego

2 2 Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwor o c(HCl) = = 1 mol/dm^3

b) Kwas azotowy (1,4) i roztwor 1+3

c) Kwas siarkowy (1,83) roztwory 1+1, 5+95

d) Octan amonowy, roztwor 20% o pH 5,4 — 5,9 i 2%(m/V)

e) Roztwor do wytrącania tlenochlorku ołowiu, swiezo przygotowany 20 cm^3 3% roztworu nadtlenku wodoru, 20 cm^3 amoniaku, 40 cm^3 wody

f) Roztwor amoniakalny chlorku amonowego 25 g chlorku amonowego rozpuscic w wodzie, dodac 50 cm^3 amoniaku, przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 cm^3 dopełnic wodą do kreski i wymieszac

g) Trojetanoloamina, roztwor 10%(m/V)

h) Oranz ksylenolowy, mieszanina z azotanem potasowym w stosunku 1 100

i) Alkohol etylowy 96%(V/V) i roztwor 1+1

j) Sol dwusodowa kwsu etylenodwuaminoczterooctowego (EDTA), roztwory o c = 0,025 i c = = 0,01 mol/dm^3 9,31 g lub 3,72 g EDTA rozpuscic w wodzie w kolbie pomiarowej pojemnosci 1000 cm^3, dopełnic wodą do kreski i wymieszac Miano roztworu wyznaczyc w następujący sposob zaleznie od stężenia roztworu EDTA do trzech zlewek pojemnosci 600 cm^3 odwazyc po 0,2 lub 0,1 g ołowiu o zawartosci minimum 99,99% Pb, dodac po 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego (1+3) i łagodnie ogrzewac do pełnego rozpuszczenia metalu Po ochłodzeniu probki dodac 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (1+1), odparowac do sucha, dodac 15 cm^3 20% roztworu octanu amonowego i ogrzewac do rozpuszczenia osadu siarczanu ołowiawego Następnie zawartosc zlewek ochłodzic, rozcienczyc wodą do objętosci około 200 cm^3, dodac 0 1 g oranzu ksylenolowego i miareczkowac odpowiednim roztworem EDTA do zmiany zabarwienia z fioletowego na zołte

Miano roztworu wyrazone w gramach ołowiu na 1 cm^3 obliczyc wg wzoru

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

w ktorym

m — odwazka ołowiu, g,

V — objętosc zuzytego roztworu EDTA, cm^3

2 3 Wykonanie oznaczania

2 3 1 Przebieg analizy przy zawartosci do 0,5% baru Zaleznie od zawartosci ołowiu w probce odwazyc 0,5 — 1 g probki, umiescic w zlewce pojemnosci 400 cm^3, zwilzyc wodą, dodac 15 cm^3 kwasu solnego i łagodnie ogrzewac do odpędzenia siarkowodoru Następnie dodac 5 cm^3 kwasu azotowego i odparowac do gęstosci syropu, po czym do ochłodzonej zawartosci dodac 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (1+1) i intensywnie ogrzewac do pojawienia się par kwasu siarkowego Zawartosc zlewki ochłodzic, scianki opłukac małą ilością wody i ponownie ogrzewac do wydzielenia białych par kwasu siarkowego Po ochłodzeniu dodac około 150 cm^3 wody, ogrzac prawie do wrzenia i utrzymywac w tej temperaturze (około 90°C) przez 20 — 30 min, po czym ochłodzic i dodac 50 cm^3 alkoholu etylowego Roztwor pozostawic na 2 — 3 h w chłodnym miejscu, np na łazni z bieżącą zimną wodą, w celu pełnego wydzielenia się grubokrystalicznego, dobrze odsączalnego osadu siarczanu ołowiawego Osad odsączyc przez twardy sączek, przemyc 3-4 razy roztworem kwasu siarkowego (5+95), a następnie jeszcze 2-3 razy porcjami po 5 cm^3 roztworu alkoholu etylowego Osad z sączkiem przeniesc do tej samej zlewki, w ktorej przeprowadzono rozpuszczenie probki, dodac 30 cm^3 20% roztworu octanu amonowego i gotowac do rozpuszczenia osadu, po czym sączyc na gorąco w celu oddzielenia siarczanu barowego, przemywając zlewkę i osad na sączku gorącym 2% roztworem octanu amonowego Przy zawartosci baru do 0,1% ostatnią opisaną wyzej operację oddzielania siarczanu barowego nalezy pominąc Octanowy roztwor siarczanu ołowiawego ochłodzic i dodac 2 — 3 cm^3 roztworu trojetanoloaminy Przy zawartosci ołowiu w probce 0,5 — 5% objętosc roztworu doprowadzic do około 200 cm^3 i miareczkowac roztworem EDTA o c = 0,01 mol/dm^3 wobec oranzu ksylenolowego Przy zawartosci ołowiu powyzej 5% objętosc roztworu doprowadzic do około 300 cm^3 i miareczkowac roztworem EDTA o c = 0,025 mol/dm^3

2 3 2 Przebieg analizy przy zawartosci powyzej 0,5% baru i maksimum 1% witerytu Odwazkę 1 g probki umiescic w zlewce pojemnosci 400 cm^3, dodac 15 cm^3 kwasu solnego i łagodnie ogrzewac do usunięcia siarkowodoru Następnie dodac 5 cm^3 kwasu azotowego i odparowac do gęstosci syropu, po czym dodac 10 cm^3 kwasu solnego i ponownie odparowac do konsystencji syropu Do pozostałosci dodac około 80 cm^3 roztworu kwasu solnego, zagotowac, a następnie mieszaniną wg 2 2e) strącic tlenochlorek ołowiu i dodac około 5 cm^3 jej nadmiaru Zawartosc zlewki pozostawic na 2 h, a następnie odsączyc osad przez sączek sredniej gęstosci i przemyc zimnym amoniakalnym roztworem chlorku amonowego Osad tlenochlorku ołowiu rozpuscic na sączku gorącym roztworem kwasu azotowego, a roztwor zebrac do tej samej zlewki, w ktorej przeprowadzono strącanie Sączek kilkakrotnie przemyc gorącą wodą Roztwor odparowac do objętosci 100 cm^3, dodac 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (1+1) i odparowac do pojawienia się par kwasu siarkowego Dalej postępowac wg 2 3 1

2 4 Obliczanie wynikow Zawartosc ołowiu (X) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \quad K}{m} \quad 100 \qquad (3)$$

w ktorym

V — objętosc roztworu EDTA zuzytego do miareczkowania, cm^3,

K — miano roztworu EDTA wyrazone w gramach ołowiu na cm^3,

m — odwazka probki, g

2 5 Dopuszczalne roznice między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci ołowiu

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

3 METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

3 1 Zasada metody — rozpuszczenie probki w mieszaninie kwasow solnego i azotowego przeprowadzanie siarczanu ołowiowego w rozpuszczalny kompleks, rozcienczenie wodą do odpowiedniej objętosci i pomiar absorpcji atomowej ołowiu przy długosci fali 283,3 nm

3 2 Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwory 1+1 i o $c(HCl) = 2$ mol/dm^3

b) Kwas azotowy (1,4) i roztwor 1+1

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

d) Wzorcowe roztwory ołowiu

Roztwor A 0,500 g ołowiu o zawartosci minimum 99,99% Pb rozpuscic w 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego (1+1), przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 1000 cm^3, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

1 cm^3 roztworu A zawiera 500 μg ołowiu

Roztwor B 10 cm^3 roztworu A przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 100 cm^3, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

1 cm^3 roztworu B zawiera 50 μg ołowiu

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

3 4 Wykonanie oznaczania

3 4 1 Przygotowanie krzywej wzorcowej Do dziesięciu kolb pomiarowych pojemnosci 100 cm^3 odmierzyc kolejno 0, 2,0 i 4,0 cm^3 roztworu B i 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10,0 cm^3 roztworu wzorcowego A dodac po 2 cm^3 roztworu octanu amonowego i 10 cm^3 roztworu kwasu solnego o $c = 2$ mol/dm^3 Roztwory uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Na podstawie otrzymanych wynikow wykreslic krzywą wzorcową

3 4 2 Przebieg analizy Odwazkę 0,5 g probki umiescic w zlewce pojemnosci 400 cm^3, zwilzyc wodą, dodac 15 cm^3 kwasu solnego i ogrzewac łagodnie do odpędzenia siarkowodoru Dodac 5 cm^3 kwasu azotowego, odparowac do wilgotnej pozostałosci, po czym dodac 10 cm^3 roztworu octanu amonowego i gotowac przez 2 — 4 min Zdjąc z grzejnika, ostudzic i dodawac kroplami roztwor kwasu solnego (1+1) do zmiany barwy z brązowej na zołtą oraz 20 cm^3 nadmiaru Roztwor przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 500 cm^3, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Przy zawartosci ołowiu powyzej 5% z przygotowanego roztworu odmierzyc 10 — 50 cm^3 i przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 100 lub 250 cm^3 tak, aby koncowe stęzenie ołowiu po rozcienczeniu miesciło się w zakresie objętym krzywą wzorcową Nalezy przy tym dodac odpowiednie ilosci roztworu octanu amonowego i kwasu solnego, aby zachowac ich stęzenia, jak przy krzywej wzorcowej Rownolegle z probką analizowaną nalezy wykonac slepą probę Zmierzyc absorpcję atomową ołowiu w roztworze analizowanym oraz roztworze slepej proby Zawartosc ołowiu odczytac z krzywej wzorcowej

3 5 Obliczanie wynikow Zawartosc ołowiu (X) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(c - c_1)\ V}{10000\ \ m} \qquad (4)$$

w ktorym

c — stęzenie ołowiu w roztworze badanej probki, μg/cm^3,

c_1 — stęzenie ołowiu w roztworze slepej proby, μg/cm^3,

V — objętosc roztworu probki, cm^3,

m — masa odwazki probki, g

3 6 Dopuszczalne roznice między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci ołowiu

od 0,1 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 do 20,0% — 0,35%

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Niezelaznych Gliwice

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

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