UKD 669.3.015.2:543.062

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH

NORMA BRANŻOWA

Analiza chemiczna półproduktów hutniczych miedzi

Oznaczanie zawartości cynku

BN-78
0828-08
Arkusz 05

Grupa katalogowa III 59

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, rozcieńczenie 0,2N roztworem kwasu solnego w kolbie pomiarowej i pomiar absorpcji atomowej cynku przy fali rezonansowej o długości 213,9 nm.

2. Aparatura. Spektrofotometr do absorpcji atomowej ze źródłem promieniowania charakterystycznego dla cynku (katoda wnękowa lub lampa bezelektrodowa); płomień acetylen-powietrze.

3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 2N.

b) Kwas azotowy (1,4).

c) Wzorcowe roztwory cynku:

Roztwór A. 0,1 g cynku rozpuścić w 10 cm^3 kwasu solnego (1,18), ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3, uzupełnić wodą i wymieszać. 1 cm^3 roztworu zawiera 0,1 mg cynku.

Roztwór B. Przenieść 50 cm^3 wzorcowego roztworu A do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3, uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. 1 cm^3 roztworu zawiera 0,02 mg cynku.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 11 kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5 i 20,0 cm^3 roztworu wzorcowego B, dodać po 10 cm^3 2N roztworu kwasu solnego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję atomową cynku równolegle z roztworami badanych próbek.

5. Wykonanie oznaczania. 0,1 g próbki odważyć do zlewki pojemności 100 cm^3, zwilżyć wodą, rozpuścić w 5 cm^3 kwasu solnego (1,18) i w 5 cm^3 kwasu azotowego. Odparować do wilgotnej pozostałości, dodać 2 cm^3 kwasu solnego (1,18) i ponownie odparować do wilgotnej pozostałości. Przy spodziewanej zawartości cynku do 1% wprowadzić 25 cm^3 2N roztworu kwasu solnego i około 25 cm^3 wody, ogrzać do rozpuszczenia soli, ostudzić i przelać zawartość zlewki do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Przy spodziewanej zawartości cynku od 1 ÷ 2% należy podwoić ilość wprowadzanych odczynników i zastosować kolbę pomiarową pojemności 500 cm^3. Przy zawartości cynku 2 ÷ 10% należy pobrać 20 cm^3 z kolby pojemności 500 cm^3, dodać 10 cm^3 2N roztworu kwasu solnego i rozcieńczyć wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3. Równolegle prowadzić ślepą próbę, dodając wszystkie odczynniki stosowane przy wykonaniu oznaczania. Zmierzyć absorpcję atomową cynku równolegle z roztworami wzorcowymi.

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

$$X = \frac{(a-b) \cdot V}{m} \cdot 100$$

w którym:

a – zawartość cynku w badanym roztworze odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm^3,

b – zawartość cynku w próbie ślepej odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm^3,

V – objętość roztworu próbki przygotowanego do pomiaru absorpcji, cm^3,

m – masa próbki, g.

7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczań przy zawartości cynku:

od 0,05 do 0,50% – 0,01%,
powyżej 0,50 do 1,00% – 0,02%,
powyżej 1,00 do 2,00% – 0,05%,
powyżej 2,00 do 10,00% – 0,20%.

KONIEC

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)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1978. Druk. Wyd. Norm. W-wa, Ark. wyd. 0,20 Nakł. 4300+55 Zam. 2569/78 Cena zł 1,80

Ze zbiorów Biblioteki Głównej AGH http://www.bg.agh.edu.pl/