Szybka pełna analiza odpadów przemysłowych metodami stapiania z alkaliami i ASA

Jerzy Kowalczyk*

Analiza mineralnych odpadów (surowców) przemysłowych — to na ogół analiza glinokrzemianów zawierających zróżnicowane koncentracje metali ciężkich. Dość często w trakcie kontroli odpadów nie ma istotnego znaczenia pełna analiza materiału, ale oznaczenie zawartości niektórych metali. Najpoważniejszym problemem w wykonaniu analizy odpadów mineralnych jest sposób przygotowania roztworu przeznaczonego do analizy składu metodami instrumentalnymi (ASA, ICP) bądź klasycznymi.

Przedstawiono dwie metody roztwarzania próbek mineralnych (roztartych do frakcji poniżej 0,1 mm):

1. Stapianie z boranem litu, roztwarzenie stopu w 5% kwasie azotowym.

Stapianie 0,2–0,25g próbki z 2,5–3,5 g topnika (tetraboranu litu: węglanu litu = 10 : 1, w tyglu PtAu), około 20 minut w temperaturze 1000°C. Wylanie gorącego stopu do mieszanego mechanicznie 5% roztworu kwasu azotowego (około 80 ml kwasu). Po roztworzeniu (0,5–1 godziny) roztwór uzupełniamy do 100 ml w kolbie miarowej. Wszystkie metale oznaczamy metodą ASA lub ICP. Dla składników głównych (Si, Al, wapniowce) konieczne jest stosowanie wzorców zawierających odpowiednią ilość boranu litu.

2. Stapianie z węglanem sodu, roztworzenie stopu w zimnym kwasie solnym.

Stapianie 0,4–0,5 g próbki z 4,5–5,5 g topnika (węglanu sodu : boranu sodu = 5 : 1, w tyglu PtIr) około 20 minut w temperaturze 900°C. Stop po ostygnięciu ługujemy 2 x 25 ml HCl (1 : 1); czas roztwarzania około 0,5 godziny, roztwór uzupełniamy do 100 ml w kolbie miarowej. Wszystkie metale, z wyjątkiem sodu, oznaczamy metodą ASA lub ICP. Dla składników głównych (Si, Al, wapniowce) konieczne jest stosowanie wzorców zawierających odpowiednią ilość chlorku sodu.

Przedstawione metody sprawdzono dla wielu odpadów mineralnych (popiołów, cementów, gleb, żużli). Autor zaleca stosowanie metody 2, tj. stapianie z alkaliami oraz zimne roztwarzanie stopu.

*Instytut Chemii Nieorganicznej i Metalurgii Pierwiastków Rzadkich, Politechnika Wrocławska, Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław