

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Analiza chemiczna molibdenu	0897-01.04
	Oznaczenie zawartości wolframu	Zamiast BN-65/0897-01
		Grupa katalogowa 0359

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, odsączenie wytrąconego kwasu wolframowego i wagowe oznaczenie w postaci trójtlenku wolframu.

2. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina kwasów: 3 części kwasu solnego (1,19) zmieszać z 1 częścią kwasu azotowego (1,4) — (woda królewska).

b) Kwas solny (1,19); (1+1); (5+95).

c) Kwas siarkowy, roztwór 1+1.

d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

e) Wodorotlenek sodowy, roztwór 10-procentowy.

3. Wykonanie oznaczania. 10 g próbki molibdenu umieścić w szerokiej zlewce pojemności 800 cm³ i rozpuścić w 20 ÷ 25 cm³ wody królewskiej, dodawanej porcjami. Spłukać ścianki zlewki wodą i roztwór odparować do sucha na łaźni wodnej. Pod koniec przenieść na łaźnię piaskową. Pozostałość rozpuścić w kwasie solnym (1+1), a wytrącony żółty osad trójtlenku wolframu pozostawić do odstania.

Po kilku godzinach roztwór zdekantować. Następnie dodać 50 cm³ wody i odstawić na kilka godzin. Odsączyć osad trójtlenku wolframu przez twardy są-

czek, przemywając go roztworem kwasu solnego (5+95), a następnie kilkakrotnie wodą. Sączek wraz z osadem umieścić w tyglu platynowym, wysuszyć, spalić i wyprażyć w temperaturze 900°C. Ostudzić, dodać 3 ÷ 5 kropli kwasu siarkowego 1+1 i 5 cm³ kwasu fluorowodorowego. Odparować początkowo na łaźni wodnej, następnie na łaźni powietrznej, usunąć kwas siarkowy i wyprażyć pozostałość w ciągu 5 ÷ 10 min w temperaturze 900°C. Ostudzić w eksykatorze i zważyć.

4. Obliczanie wyników. Zawartość wolframu (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,7931 \cdot 100}{m}$$

w którym:

*m*₁ — masa osadu trójtlenku wolframu, g,

0,7931 — mnożnik do przeliczenia na wolfram metaliczny,

m — odważka próbki, g.

5. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości wolframu 0,02% — 0,01%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/0897-01

a) wprowadzono kontrolę zanieczyszczeń pierwiastków metalicznych w wolframie metodą spektrograficzną;

b) rozszerzono liczbę oznaczanych zanieczyszczeń z 2 do 12 pierwiastków: As, Ag, Bi, Co, Cr, Cu, Mg, Ni, Pb, Sb, Sn;

c) zmieniono metody oznaczania żelaza, glinu i krzemu oraz rozszerzono zakres ich oznaczania: żelaza i glinu do 0,03% i krzemu do 0,3%;

d) zmieniono analityczny tok postępowania przy oznaczaniu zawartości potasu oraz zakres oznaczanych stężeń potasu;

e) wprowadzono metodę fotometryczną oznaczania molibdenu;

f) podano dodatkowy sposób oczyszczania powierzchni badanej próbki;

g) zaniechano oznaczania pozostałości po chlorowaniu z powodu wprowadzenia metody spektralnej oznaczania zanieczyszczeń metalicznych, których tlenki wchodzą w skład osadu pozostałości po chlorowaniu.

3. Normy zagraniczne

USA ASTM E 397-73 Chemical Analysis of Tungsten

4. Autorzy projektu normy — mgr Krystyna Czermińska — COBR POLAM, mgr Jadwiga Czarycka — ZML POLAM, mgr Wojciech Jaxa-Bykowski — COBR POLAM.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego POLAM dnia 31 grudnia 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1981 poz. 26)