

<b>HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH</b>	<b>N O R M A B R A Ń Z O W A</b>	<b>BN-80</b>
	<b>Analiza chemiczna wolframu</b>	<b>0897-02.00</b>
	<b>Wytyczne ogólne</b>	Zamiat BN-65/0897-02 Grupa katalogowa 0359

**1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody analizy chemicznej oraz metoda analizy spektrograficznej wolframu metalicznego w postaci proszku, drutów, sztab i kształtek.

**2. Rodzaje i zakres stosowania metod**

Pierwiastek oznaczany	Metoda oznaczania	Zakres oznaczanych zawartości, %	Metoda podana w arkuszu
Molibden	fotometryczna z rodankiem	0,005 ÷ 0,03	01
Potas	fotometrii płomieniowej	0,01 ÷ 0,3	02
Glin, srebro, arsen, bizmut, kobalt, chrom, miedź, żelazo, magnez, mangan, nikiel, ołów, antymon, cyna	spektrograficzna	0,001 ÷ 0,03	03
Krzem	spektrograficzna	0,01 ÷ 0,3	03

**3. Przygotowanie próbki do analizy.** Do wykonania oznaczeń w wyrobach z wolframu należy stosować próbki oczyszczone, rozdrobnione i utlenione do trójtlenku wolframu, jeżeli wymaga tego dana metoda analityczna. Rozdrobnioną próbkę należy oczyścić przez gotowanie w ciągu 2 min w kwasie solnym 1÷1. Następnie próbkę opłukać wodą destylowaną i wysuszyć.

Jeżeli wyrób jest pokryty smarem grafitowym należy w celu usunięcia powłoki wyżarzyć go w atmosferze mieszaniny azotu z wodorem w stosunku 1 do 3 (gaz brązowy), w temperaturze czerwonego żaru, wygotować w 20-procentowym roztworze ługu sodowego, wypłukać wodą i wysuszyć. Utlenianie wolframu przeprowadzać przez ogrzewanie próbki umieszczonej w parownicy kwarcowej lub platynowej w piecu muflowym w temperaturze 750 ÷ 850°C.

Otrzymany trójtlenek wolframu należy utrzyć w moździerzu agatowym.

**4. Czystość odczynników.** Jeżeli nie podano inaczej w szczegółowych zestawieniach, należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a., a do przygotowania roztworów wzorcowych — metale o czystości co najmniej 99,95%. Czystość wolframu stosowanego na matrycę w metodzie spektralnej — 99,999%.

Do sporządzania roztworów należy stosować wodę destylowaną.

Do oznaczania zawartości potasu należy stosować wodę podwójnie destylowaną.

**5. Dokładność ważenia.** Jeżeli nie podano inaczej, należy ważyć: próbki o masie do 2 g — z dokładnością do 0,0002 g, powyżej 2 g — z dokładnością do 0,001 g.

**6. Ślepa próba.** Równoległe z analizą badanej próbki należy przygotować ślepa próbę dla kontroli czystości stosowanych odczynników i wniesienia odpowiedniej poprawki do wyniku oznaczania.

**7. Wykreślanie krzywych wzorcowych.** Przy przeprowadzaniu analiz metodami fotokolorymetrycznymi krzywe wzorcowe należy wykreślać w układzie osi współrzędnych, odkładając na osi odciętych stężenie oznaczonego pierwiastka, a na osi rzędnych — absorbancję odpowiednich roztworów wzorcowych.

Przy metodzie spektrograficznej krzywe wzorcowe należy wykreślać na papierze półlogarytmicznym, odmierając na osi liniowej wartości zaczernień linii spektralnych, na osi logarytmicznej stężenia pierwiastka w procentach.

**8. Wynik.** Za wynik oznaczania danego pierwiastka należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników równoległych oznaczeń o rozbieżności nie przekraczającej różnicy przewidzianej dla danej metody i zakresu zawartości.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

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)

**INFORMACJE DODATKOWE**

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/0897-02**

a) wprowadzono metodę spektrograficznego oznaczania pierwiastków metalicznych w wolfrامية;

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

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 związane**

PN-80/H-04936 Metalurgia proszków. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

**4. Normy zagraniczne**

USA ASTM E 397-73 Chemical Analysis of Tungsten

**5. Autorzy projektu normy** — mgr Krystyna Czerwińska — COBR POLAM, mgr Jadwiga Czarycka — ZML-POLAM, mgr Wojciech Jaxa-Bykowski-COBR POLAM.