

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Analiza chemiczna wolframu Oznaczanie zawartości molibdenu	0897-02.01
		Zamiat BN-65/0897-02
		Grupa katalogowa 0359

1. Zasada oznaczania. Metoda polega na reakcji Mo^{+6} z jonami rodankowymi w kwaśnym środowisku wodno-acetonowym, w obecności chlorku cynawego jako reduktora. Tworzy się $\text{MoO}(\text{SCN})_3$ o zabarwieniu pomarańczowoczerwonym. Absorbancję tego roztworu mierzy się przy długości fali 470 nm.

2. Aparatura

a) Spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 460 ÷ 480 nm;

b) Kuvety o grubości warstwy 1 cm.

3. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina kwasów do rozpuszczania wolframu: 200 cm³ HF (1,13) + 200 cm³ HNO₃ (1,4) uzupełnić do 1000 cm³ wodą.

b) Wodorotlenek sodowy, roztwór 4N, 2N, przechowywać w butelce polietylenowej.

c) Chlorek cynawy, roztwór 10-procentowy: 10 g SnCl₂ rozpuścić ogrzewając w 75 cm³ HCl (1+1). Oziębić i dopełnić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ kwasem solnym (1+1). Z dodatkiem granulki cyny roztwór jest trwały 1 miesiąc.

d) Rodanek amonowy (NH₄CNS), roztwór 10-procentowy.

e) Cytrynian amonowy II zasadowy, roztwór 40-procentowy.

f) Ałun żelazowo-amonowy FeNH₄(SO₄)₂ · 12 H₂O, roztwór 1-procentowy w 0,2 N kwasie siarkowym.

g) Aceton.

h) Roztwory wzorcowe molibdenu.

Roztwór A. Rozpuścić 1,500 g trójtlenku molibdenu (MoO₃) o czystości minimum 99,9% w 15 cm³ 4N roztworu NaOH i zakwasić HCl (1+1) do pH 5,6. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg molibdenu.

Roztwór B. Do kolby pomiarowej pojemności 200 cm³ odmierzyć 10 cm³ roztworu A, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu B zawiera 0,05 mg molibdenu.

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno 0; 1; 2; 3; 4; 5 i 6 cm³ roztworu B co odpowiada 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 i 0,30 mg Mo i uzupełnić wodą do 6 cm³. Dodać 10 cm³ cytrynianu amonowego, 1 cm³ ałunu żelazowego, 5 cm³ rodanku amonowego i 20 cm³ acetonu, a następnie stopniowo mieszając 8 cm³ chlorku cynawego. Uzupełnić acetonem do kreski i wymieszać. Wykonać pomiar absorbancji po 15 min przy długości fali 470 nm, w odniesieniu do równoległe przygotowanego roztworu ślepej próby. Z otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych absorbancję, a na osi odciętych stężenie molibdenu.

5. Wykonanie oznaczania. 1 g próbki wolframu umieścić w parownicy platynowej i rozpuścić, lekko ogrzewając, w 20 cm³ mieszaniny kwasów. Po rozpuszczeniu i odparowaniu nadmiaru kwasów dodać 5 cm³ kwasu siarkowego (1+1) i odparować do zaprzestania wydzielania się dymów trójtlenku siarki. Ochłodzić, dodać 4 ÷ 5 cm³ 2N wodorotlenku sodowego do rozpuszczenia osadu trójtlenku wolframu i przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³. Spłukać parownicę 2 ÷ 3 cm³ wody. Dalej postępować wg 4.

Wykonać pomiar absorbancji przy długości fali 470 nm w odniesieniu do równoległe przygotowanego roztworu ślepej próby. Zawartość molibdenu odczytać z krzywej wzorcowej.

6. Obliczanie wyników. Zawartość molibdenu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

w którym:

m_1 — masa molibdenu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki, g.

7. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 0,001%.

K O N I E C

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)