

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-80
	Analiza chemiczna wolframu Oznaczanie zawartości potasu	0897-02.02
		Zamiast BN-65/0897-02
		Grupa katalogowa 0359

1. Zasada oznaczania. Utlenienie próbki do trójtlenku wolframu, rozpuszczenie go w kwaśnym węglanie sodowym, wydzielenie wolframianu srebra. Oznaczanie potasu w przesączu metodą fotometrii płomieniowej w płomieniu palnika acetylenowo-powietrznego.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Parawolframian amonowy,
- b) Kwaśny węglan sodowy.
- c) Azotan srebra, roztwór 1N.
- d) Wzorcowy roztwór potasu: 0,9535 g chlorku potasowego wysuszonego w ciągu 2 h w temperaturze 120°C rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić do kreski. 1 cm³ zawiera 0,5 mg potasu.

e) Trójtlenek wolframu — WO₃, podłoże do sporządzania roztworów wzorcowych.

Rozpuścić parawolframian amonowy w 1 dm³ gorącej wody do uzyskania roztworu bliskiego nasycenia. Przesączyć, zateżyć i pozostawić do wykryształizowania. Wytrącone kryształy parawolframianu odsączyć, przemyć niewielką ilością wody, przenieść do parownicy kwarcowej i przeprowadzić do postaci trójtlenku wolframu, prażąc w piecu muflowym w temperaturze 600°C przez 4 h.

3. Aparatura i przyrządy

- a) Fotometr płomieniowy Model III firmy Zeiss.
- b) Piec muflowy.
- c) Biureta pojemności 25 cm³.
- d) Tygiel z dnem porowatym G4.
- e) Kolby pomiarowe pojemności 200 cm³.
- f) Zlewki pojemności 250 cm³.

4. Przygotowanie roztworów i krzywej wzorcowej. Do 7 zlewek pojemności 250 cm³ odważyć po 5,05 g trójtlenku wolframu nie zawierającego potasu, co odpowiada 4,0 g metalicznego wolframu i po 3,8 g kwaśnego węglanu sodowego.

Następnie odmierzyć z biurety kolejno następujące ilości roztworu wzorcowego potasu 0; 4; 8; 12; 16; 20 i 24 cm³ co odpowiada 0; 2; 4; 6; 8; 10 i 12 mg K. Zawartość każdej zlewki uzupełnić wodą do objętości 50 cm³, przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na płytce elektrycznej do rozpuszczenia próbki. W przypadku nadmiernego odparowania roztworu w trakcie rozpuszczania uzupełnić wodą do pierwotnej objętości. Do gorącego, klarownego roztworu dodać przy ciągłym mieszaniu 55 cm³ roztworu azotanu srebra, zagotować. Następnie oziębnić w wodzie z lodem. Odsączyć wytrącony osad wolframianu srebra przez tygiel z dnem porowatym. Osad przemyć kilkakrotnie niewielkimi porcjami wody. Przesącz umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 200 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

Tak przygotowane roztwory stanowią wzorce potasu o stężeniu 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; i 0,06 mg K/cm³.

Zachowując ustalone, optymalne warunki robocze fotometru, stosując filtr dla potasu o maksimum przepuszczalności 770 nm rozpylać kolejno roztwory zaczynając od najślabszego. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wychylenie galwanometru w jednostkach skali, a na osi odciętych stężenie potasu w mg/cm³.

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)

5. Wykonanie oznaczania. Badaną próbkę wolframu w postaci proszku lub rozdrobnionych kawałków, oczyszczoną wg arkusza 00 mniejszej normy, umieścić w tyglu kwarcowym i ogrzewać w piecu muflowym w temperaturze 800°C przez co najmniej 4 h, aż do całkowitego utlenienia do trójtlenku wolframu.

Dalej postępować jak przy sporządzeniu krzywej wzorcowej (p. 4).

Każdorazowo równolegle z badaną próbką rozpylać roztwory wzorcowe o niższym i wyższym od badanego stężeniu potasu. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie potasu, uwzględniając ślepa próbę wykonaną równolegle z badaną próbką.

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

$$X = \frac{m_1 \cdot v \cdot 100}{m \cdot 0,7930 \cdot 1000}$$

w którym:

m_1 — masa potasu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

v — objętość końcowa próbki, cm³,

m — odważka próbki, g,

0,7930 — współczynnik przeliczeniowy trójtlenku wolframu na wolfram.

7. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać:

przy zawartości 0,01% — 0,002%,

przy zawartości 0,1% — 0,01%.

K O N I E C