

SZKŁO TECHNICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Analiza chemiczna szkła krzemionkowego i kwarcu	6855-13.02
	Oznaczanie zawartości sodu, potasu i litu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej	Grupa katalogowa 0811

1. Zasada metody polega na rozтворzeniu próbek mieliwa kwarcowego lub kwarcu w mieszaninie kwasów fluorowodorowego i nadchlorowego, oddzieleniu krzemu od oznaczanych pierwiastków przez odpędzenie go w postaci lotnego czterofluorku krzemu SiF_4 , po odparowaniu — na rozpuszczeniu pozostałości roztworem wodnym zawierającym bufor dejonizujący odpowiedni dla oznaczanego pierwiastka, na oznaczaniu sodu, potasu, litu w otrzymanych roztworach metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej przez pomiar absorbancji przy długości fali 589,0 nm dla sodu, 766,5 nm dla potasu oraz 670,8 nm dla litu, w płomieniu palnika powietrzno-acetylenowego.

2. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr atomowo-absorpcyjny, np. firmy Perkin-Elmer Model 300, wyposażony w lampy z katodą wnąkową-sodową, potasową, litową.

b) Kompresor powietrzny lub inne źródło sprężonego powietrza.

c) Kuchenka grafitowa.

d) Komora grafitowa do roztwarzania próbek.

e) Parownice teflonowe pojemności 25 cm^3 z pokrywkami.

f) Cylindry teflonowe pojemności 10 cm^3 i 25 cm^3 .

g) Butelki teflonowe do przechowywania wzorców.

h) Kolby pomiarowe kwarcowe pojemności 25, 100, 250 i 1000 cm^3 .

3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas fluorowodorowy HF.

b) Kwas solny HCl.

c) Kwas nadchlorowy HClO_4 .

d) Woda dwukrotnie destylowana (w destylarce kwarcowej).

e) Acetylen o czystości A z butli, wg PN-71/C-84905.

f) Chlorek sodowy NaCl, roztwór wzorcowy podstawowy: w kwarcowej kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 rozpuścić w wodzie dwukrotnie destylowanej 2,542 g chlorku sodowego spektralnie cz., wysuszonego uprzednio w temperaturze 110°C do stałej masy, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 μg Na.

g) Chlorek potasowy KCl, roztwór wzorcowy podstawowy: w kwarcowej kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 rozpuścić w wodzie dwukrotnie destylowanej 1,907 g chlorku potasowego spektralnie cz., wysuszonego uprzednio w temperaturze 110°C do stałej masy, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 μg K.

h) Węgiel litowy Li_2CO_3 , roztwór wzorcowy podstawowy: 5,324 g węglanu litowego spektralnie cz., uprzednio wysuszonego do stałej masy rozpuścić w minimalnej objętości (1+1) HCl, przenieść do kwarcowej kolby pojemności 1000 cm^3 , uzupełnić wodą dwukrotnie destylowaną do kreski i wymieszać. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 μg Li.

i) Roztwory wzorcowe robocze sodu, potasu, litu: wychodząc z roztworów wzorcowych podstawowych wykonać w kwarcowych lub polietylenowych kolbach pomiarowych serie roztworów wzorcowych roboczych o stężeniach oznaczanych pierwiastków 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0; 10,0 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ wg tabeli rozcieńczeń.

Lp.	Stężenie roztworu wyjściowego $\mu\text{g}/\text{cm}^3$	Ilość roztworu wyjściowego cm^3	Objętość końcowa cm^3	Stężenie roztworu wzorcowego roboczego $\mu\text{g}/\text{cm}^3$
1	1000	2,5	250	10
2	1000	0,5	250	2
3	10	10	100	1
4	10	8	100	0,8
5	10	6	100	0,6
6	10	4	100	0,4
7	10	2	100	0,2
8	10	1	100	0,1

Serie wzorcowych roztworów roboczych przeznaczonych do oznaczania sodu i litu przygotować wg tabeli przez rozcieńczenie roztworu wyjściowego roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{gK}/\text{cm}^3$.

Roztwory wzorcowe robocze przeznaczone do oznaczania potasu przygotować przez rozcieńczanie roztworu wyjściowego roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{gNa}/\text{cm}^3$.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego POLAM dnia 4 kwietnia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 8/1984 poz. 16)

4. Przygotowanie krzywych wzorcowych. Ustalić optymalne warunki robocze spektrofotometru dotyczące prądu lampy z katodą wnąkową, szerokości szczeliny, ustawienia palnika (jego wysokości) oraz przepływu powietrza i acetyleny.

Rozpylać wzorcowe roztwory robocze, zaczynając od wzorca o najmniejszym stężeniu. Pomiary absorbancji przeprowadzić przy długości fali 589,0 nm dla sodu, 766,5 nm dla potasu oraz 670,8 nm dla litu. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe dla sodu, potasu i litu w prostokątnym układzie współrzędnych, odkładając na osi odciętych stężenie pierwiastka w $\mu\text{g}/\text{cm}^3$, a na osi rzędnych — zmierzona absorbancję.

5. Wykonanie oznaczania. Odważyć w parownicy teflonowej 1 g próbki mieliwa kwarcowego, przygotowanego wg ark. 00, zwilżyć kilkoma kroplami wody dwukrotnie destylowanej, dodać 5 cm^3 kwasu fluorowodorowego spektralnie cz. oraz 5 cm^3 kwasu nadchlorowego spektralnie cz., parownicę nakryć pokrywką, umieścić w komorze grafitowej na elektrycznej kuchence grafitowej zasilanej regulowanym napięciem i ogrzewać tak, aby rozpuszczanie zachodziło bez pryskania.

Po rozтворzeniu kwarcu zawartość parownicy odparowywać na kuchence grafitowej w celu odpędzenia krzemu w postaci lotnego czterofluorku krzemu SiF_4 . Pozostałość po odparowaniu (w przypadku próbki przeznaczonej do oznaczania sodu i litu) rozcieńczyć roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ potasu, a w przypadku próbki przeznaczonej do oznaczania potasu roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ sodu, przenieść do kolbki 25 cm^3 , dopełnić do kreski. Rów-

nocześnie z analizą próbki badanej wykonać ślełą próbę. Następnie postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej (p. 4). Równolegle z badaną próbką rozpylać wzorce robocze i ślełą próbę. Po każdym pomiarze należy rozpylać wodę dwukrotnie destylowaną w celu usunięcia z układu śladów zanieczyszczeń. Z krzywej wzorcowej odczytać stężenie oznaczanego pierwiastka w $\mu\text{g}/\text{cm}^3$.

6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość sodu, potasu lub litu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b - c}{m \cdot 1000}$$

w którym:

- b — stężenie pierwiastka w koncentracji zanieczyszczeń analizowanej próbki odczytane z krzywej wzorcowej, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$,
- c — stężenie pierwiastka w koncentracji ślepej próby, odczytane z krzywej wzorcowej, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$,
- m — odważka badanej próbki, g.

W celu przeliczenia obliczonego stężenia pierwiastka na tlenek, należy stosować następujące mnożniki:

Na_2O	— 1,348,
K_2O	— 1,205,
Li_2O	— 2,153.

7. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń sodu, potasu lub litu

- przy zawartości od 0,0002% do 0,0020% — 0,00002%,
- przy zawartości powyżej 0,0020% do 0,0100% — 0,0001%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-71/C-84905 Acetylen rozpuszczony

3. Autorzy projektu normy — mgr Wojciech Jaxa-Bykowski i Ryszard Masiak — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM, Warszawa.