

MATERIAŁY CERAMICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Badania zawartości zanieczyszczeń w tlenku glinu wysokiej czystości na spieki przeświecające	3061-30/03
	Oznaczanie sodu, potasu i litu metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej	Grupa katalogowa 0819

1. **Zakres stosowania metody.** Metodę stosuje się do oznaczania sodu, potasu i litu w tlenku glinu odmiany α wysokiej czystości, stosowanym na spieki przeświecające.

2. **Oznaczalność.** Najmniejsza ilość sodu, potasu, litu jaką można oznaczyć w warunkach wykonania oznaczania wg p. 8 wynosi 0,0005%.

3. **Zasada metody** polega na wytrawieniu oznaczanych pierwiastków z próbki tlenku glinowego za pomocą mieszaniny kwasów fluorowodorowego i siarkowego, a następnie po odparowaniu do zaniku białych dymów, na rozpuszczeniu pozostałości roztworem wodnym zawierającym bufor dejonizujący odpowiedni dla oznaczanego pierwiastka, na oznaczaniu sodu, potasu, litu w otrzymanych roztworach metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej przez pomiar absorbancji przy długości fali 589,0 nm dla sodu, 766,5 nm dla potasu oraz 670,8 nm dla litu w płomieniu powietrzno-acetylenowym.

4. **Wytyczne ogólne dotyczące szkła laboratoryjnego.** W analizie należy stosować szkło laboratoryjne borokrzemowe lub kwarcowe. Szkło należy myć roztworem detergentu, ciepłą wodą, kwasem solnym, wodą destylowaną i następnie wodą podwójnie destylowaną.

5. Aparatura i przyrządy

a) Kompresor lub inne źródło sprężonego powietrza,
b) Parownice platynowe,
c) Płyta grzejna z regulacją temperatury do około 400°C.

d) Spektrometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem powietrze-acetylen, wyposażony w lampy z katodą wnąkową-sodową, potasową i litową.

6. **Odczynniki i roztwory.** Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki o stopniu czystości co najmniej cz.d.a. oraz wodę podwójnie destylowaną w destylarce kwarcowej, zwaną w dalszej części arkusza normy wodą.

a) Acetylen rozpuszczony o czystości A — wg PN-71/C-84905,

b) Kwas fluorowodorowy HF (1,13) sp. cz.

c) Kwas siarkowy H₂SO₄ (1,84) sp. cz.

d) Kwas solny HCl (1,18).

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

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

g) Węglan litowy Li₂CO₃, roztwór wzorcowy podstawowy: 5,324 g węglanu litowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy rozpuścić w minimalnej objętości (1+1) HCl, przenieść do kolby pojemności 1000 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 µg Li. Trwałość roztworów podstawowych wynosi maksimum 1 rok.

h) Roztwory wzorcowe robocze sodu, potasu, litu: wychodząc z roztworów wzorcowych podstawowych wykonać w kolbach pomiarowych serie roztworów wzorcowych roboczych o stężeniu oznaczanych pierwiastków 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0; 10,0 µg/ml — wg tablicy rozcieńczeń.

Lp.	Stężenie roztworu wyjściowego µg/ml	Ilość roztworu wyjściowego ml	Ilość roztworu wzorcowego roboczego ml	Stężenie roztworu wzorcowego roboczego µg/ml
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 należy przygotować wg tablicy przez rozcieńczenie roztworu wyjściowego roztworem zawierającym 1000 µg K/ml.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego POLAM dnia 20 maja 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1988, poz. 23)

Roztwory wzorcowe robocze przeznaczone do oznaczania potasu należy przygotować przez rozcieńczenie roztworu wyjściowego roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{g Na/ml}$.

7. Sporządzanie krzywych wzorcowych. Ustalić optymalne warunki robocze spektrometru dotyczące prądu lampy z katodą wnątkową, szerokości szczeliny, ustawienia palnika oraz przepływu powietrza i acetyleny, stosując płomień utleniający. Rozpylać wzorcowe roztwory robocze, zaczynając od wzorca o najmniejszym stężeniu. Pomiar absorpcji należy wykonać 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 $\mu\text{g/ml}$, a na osi rzędnych zmierzona absorpcję.

8. Wykonanie oznaczania. Odważyć w parownicy platynowej 1 g tlenku glinu. Próbkę zwilżyć minimalną ilością wody, dodać 2 ml kwasu fluorowodorowego wg p. 6b) oraz 20 ml kwasu siarkowego wg p. 6c).

Parownicę z zawartością należy umieścić na płycie grzejnej. Zawartość parownicy odparować aż do zaniku białych dymów. Pozostałość po odparowaniu (w przypadku próbki przeznaczonej do oznaczania sodu i litu) rozcieńczyć roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{g/ml}$ potasu, a w przypadku próbki przeznaczonej do oznaczania potasu roztworem zawierającym 1000 $\mu\text{g/ml}$ sodu, wymieszać. Osad wraz z roztworem należy przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i dopełnić do kreski. Równocześnie z analizą próbki badanej wykonać ślepią próbę. Otrzymane roztwory wytrząsać bardzo dokładnie i pozostawić do odstania aż osad opadnie na dno kolby, a roztwór nad osadem stanie się zupełnie klarowny. Pobrać pipetą 10÷20 ml roztworu z nad osadu (ostrożnie, tak aby osadu nie zmacić) i analizować na zawartość sodu, litu i potasu w warunkach takich, jak przy sporządzaniu krzywych wzorcowych.

Jeżeli aparat nie umożliwia bezpośredniego odczytu stężenia należy wykonać pomiary absorpcji badanej próbki, ślepej próbki i roztworów wzorcowych i obliczyć średnią arytmetyczną wartość absorpcji uzyskaną z pięciu kolejnych pomiarów mierzonego roztworu.

Stężenie pierwiastka w roztworze analizowanej próbki należy odczytać z krzywej wzorcowej. W przypadku przekroczenia zakresu prostoliniowego krzywej wzorcowej należy stosować rozcieńczenie roztworu próbki.

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

$$X = \frac{n \cdot (b - c) \cdot V}{m} \cdot 100$$

w którym:

- n — współczynnik uwzględniający rozcieńczenie próbki,
- b — stężenie pierwiastka w roztworze analizowanej próbki, odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- c — stężenie pierwiastka w ślepej próbce, odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
- V — objętość roztworu próbki, ml,
- 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.

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

- przy zawartości od 0,0005% do 0,0020% — 0,00005%,
- 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 — Ryszard Masiak, mgr Wojciech Jaxa-Bykowski, Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM.