

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88/0682-09
	Analiza chemiczna surowców i węglików spiekanych Oznaczanie zawartości sodu i potasu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej	Zamiast BN-78/0682-09
		Grupa katalogowa 0359

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości sodu i potasu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej w surowcach, mieszankach węglików metali wysokotopliwych z metalem wiążącym i wyrobach finalnych z węglików spiekanych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości sodu w zakresie 0,0005 do 0,0500% oraz potasu od 0,0005 do 0,020%.

2. WYTYCZNE OGÓLNE

Podczas przygotowywania próbek analitycznych i przeprowadzania analizy należy stosować ogólne wytyczne wg PN-86/H-04240/00 i PN-80/H-04042.

3. METODA OZNACZANIA

3.1. Zasada oznaczania

Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów i pomiar absorpcji lub emisji roztworu przy długości fali 589,0 nm dla sodu oraz przy długości fali 766,5 nm dla potasu.

3.2. Odczynniki i roztwory

a/ Mieszanina kwasów do rozpuszczania: 600 cm³ wody, 200 cm³ kwasu fluorowodorowego /1.12./, 200 cm³ kwasu azotowego /1.4./, wymieszać.

b/ Fluorek amonowy, roztwór 10% /m/v/,

c/ Chlorek cezowy, roztwór 1% /m/v/,

d/ Węgliki wolframu nie zawierający sodu i potasu,

e/ Roztwory wzorcowe sodu:

Roztwór A: 0,2541 g chlorku sodowego rozpuścić w 50 cm³ wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg sodu

Roztwór B: 10 cm³ roztworu A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,001 mg sodu

HUTA BAILDON

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem nr 8/88
z dnia 1988.07.25 jako norma obowiązująca od dnia 1989.07.01
/Dz. Norm. i Miar nr poz./.

f/ Roztwory wzorcowe potasu:

Roztwór A: 0,0381 g chlorku potasowego rozpuścić w 50 cm³ wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,02 mg potasu

Roztwór B: 100 cm³ roztworu A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać

1 cm³ roztworu B zawiera 0,002 mg potasu

Przed odważeniem zarówno chlorku sodowego jak i potasowego odczynniki należy wysuszyć w temperaturze 105°C i ostudzić w eksykatorze. Roztwory wzorcowe B dla sodu i potasu należy przygotowywać bezpośrednio przed użyciem.

3.3. Aparatura

- a/ Spektrometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem acetylen-powietrze,
- b/ Lampy z katodą wnąkową: sodowa, potasowa,
- c/ Przystawka do pomiaru emisji promieniowania,
- d/ Butla ze sprężonym acetylenem,
- e/ Kompresor powietrzny lub inne źródło sprężonego powietrza,
- f/ Zlewki teflonowe pojemności 150 cm³,
- g/ Kolba pomiarowa polipropylenowa, pojemności 100 cm³.

3.4. Wykonanie oznaczenia**3.4.1. Przygotowanie krzywych wzorcowych**

a/ dla zawartości sodu od 0,0005 do 0,010%

dla zawartości potasu od 0,0005 do 0,005%

Do 8 zlewek teflonowych odważyć po 1,000 g węgla wolframowego i dodać po 20 cm³ wody i 20 cm³ mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na łaźni wodnej lub płycie ogrzanej do temperatury 100°C. Po całkowitym rozpuszczeniu naważki roztwór ochłodzić i odmierzyć kolejno: 0,0; 5,0; 7,5; 15; 30 cm³ roztworu wzorcowego "B" sodu, a do następnych 0,5; 0,75; 1,0 cm³ roztworu wzorcowego "A" sodu. Nie zmieniając kolejności dodawania odmierzyć kolejno: 0,0; 2,5; 4,0; 5,0; 6,0; 7,5; 15,0; 25,0 cm³ roztworu wzorcowego B potasu. Następnie do każdej zlewki dodać 10 cm³ roztworu fluorku amonowego, 10 cm³ roztworu chlorku cezowego i przenieść roztwór do kolby pomiarowej polipropylenowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej postępować zgodnie z punktem 3.4.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe.

b/ dla zawartości sodu powyżej 0,010 do 0,050%

dla zawartości potasu powyżej 0,005 do 0,020%

Do 8 zlewek teflonowych odważyć po 1,000 g węgla wolframowego i dodać po 20 cm³ wody i 20 cm³ mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na łaźni wodnej lub płycie ogrzanej do temperatury 100°C. Po całkowitym rozpuszczeniu naważki roztwór ochłodzić i odmierzyć kolejno: 0,0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 cm³ roztworu wzorcowego "A" sodu. Nie zmieniając kolejności dodawania odmierzyć: 0,0; 25,0 roztworu wzorcowego "B" potasu, a do następnych: 3,0; 4,0; 5,0; 8,0; 9,0; 10,0 cm³ roztworu wzorcowego "A" potasu. Następnie do każdej zlewki dodać 10 cm³ roztworu fluorku amonowego; 10 cm³ roztworu chlorku cezowego i przenieść roztwór do kolby pomiarowej polipropylenowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej postępować zgodnie z punktem 3.4.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe.

3.4.2. Przebieg analizy

Odważyć 1,000 g próbki do zlewki teflonowej, dodać 20 cm³ wody i 20 cm³ mieszaniny kwasów do rozpuszczania, przykryć zlewkę przykrywką teflonową i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 100°C lub łaźni wodnej. Po całkowitym rozpuszczeniu próbki roztwór ochłodzić, dodać 10 cm³ roztworu fluorku amonowego, 10 cm³ roztworu chlorku cezowego i przenieść do kolby pomiarowej polipropylenowej pojemności 100 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Równo-

częście z próbką badaną wykonać próbę kontrolną na czystość odczynników /próba ślepa/. Pomiar absorpcji lub emisji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 589,0 nm dla sodu i 766,5 nm dla potasu przy ustalonych optymalnych warunkach dotyczących szerokości szczeliny wysokości palnika oraz przepływu powietrza i acetyleny.

3.5. Obliczanie wyników

Zawartość sodu i potasu /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{c - c_1 \cdot V}{m \cdot 10^4}$$

w którym:

- c - stężenie sodu lub potasu w roztworze analizowanej próbki, odczytane z wykresu wzorcowego, ug/cm³,
- c₁ - stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze ślepej próby, odczytane z wykresu wzorcowego, ug/cm³
- V - objętość analizowanego roztworu próbki, cm³,
- m - masa odważki próbki analizowanej lub odpowiadająca część roztworu próbki pobranej do oznaczania, g.

3.6. Różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać przy zawartości sodu:

- od 0,0005 do 0,001% - 0,0003%
- powyżej 0,0010 do 0,050% - 0,0005%

przy zawartości potasu:

- od 0,0005 do 0,005% - 0,0003%
- powyżej 0,005 do 0,020% - 0,0005%

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-88/0682-09

1. Instytucja opracowująca normę - Huta Baildon - Katowice

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/0682-09:

- zmieniono sposób przygotowania próbki do badań;
- zmieniono zakres oznaczania dla sodu i potasu.

3. Normy związane:

PN-84/H-04042 Analiza chemiczna surowców i wyrobów hutniczych. Zasady stosowania spektrometrii absorpcyjnej.

PN-86/H-04240/00 Analiza chemiczna węglików. Wytyczne ogólne.

4. Normy międzynarodowe

ISO 7627/2 Hardmetals - Chemical analysis by flame atomic absorption spectrometry - Part 2: Determination of calcium potassium magnesium and sodium in contents from 0,001 to 0,02% / m/m /.

5. Instytucja rozprawdzająca normę: Instytut Metalurgii Żelaza, 44-100 Gliwice, ul. K. Miarki 12/14.

6. Autorzy projektu normy: mgr inż. Z. Kościelniak, inż. D. Lorkiewicz - Huta Baildon - Katowice