

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-79/0682-10
	Analiza chemiczna surowców i węglików. OZNACZANIE NISKICH ZAWARTOŚCI CHROMU I MOLIBDENU	
	metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej.	Gr.kat. III.59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości chromu i molibdenu metodą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej w surowcach, półproduktach, mieszankach węglików metali trudnotopliwych z metalem wiążącym oraz w węglikach spiekanych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości chromu w zakresie od 0,001 % do 0,100 % i molibdenu w zakresie od 0,01 % do 0,10 %.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów: azotowego i fluorowodorowego, pomiar absorpcji przy długości fali 359,35 nm dla chromu oraz 313,3 nm dla molibdenu, w płomieniu acetylen-powietrze.

2.2. Aparatura.

a/ Spektrofotometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem acetylen-powietrze.

b/ Lampa z katodą węglową chromową i molibdenową.

c/ Zlewka teflonowa pojemności 150 cm³, z przykrywką.

d/ Kolba pomiarowa polipropylenowa pojemności 10 cm³.

e/ Łażnia wodna lub płyta grzewcza podgrzana do temperatury 100°C.

2.3. Odczynniki i roztwory.

a/ Kwas azotowy /1.4/.

b/ Kwas fluorowodorowy /1.12/.

c/ Mieszanina kwasów do rozpuszczania: odmierzyć 200 cm³ kwasu azotowego, 200 cm³ kwasu fluorowodorowego, 600 cm³ wody i wymieszać.

d/ Chlorek amonowy, roztwór 10-procentowy.

e/ Chrom metaliczny o zawartości min 99,95 % chromu.

f/ Molibden metaliczny o zawartości min 99,95 % molibdenu, lub molibdenian amonowy /NH₄/₆ Mo₇O₂₄ · 4 H₂O.

g/ Węglik wolframu, nie zawierający chromu i molibdenu.

h/ Roztwory wzorcowe chromu:

Zgłoszona przez Hutę Baildon

ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr 17/79 z dnia 28.07.1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1.01.1980 r.

Roztwór A: 0,1000 g chromu umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 25 cm³ kwasu solnego 1+1, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg chromu.

Roztwór B: odmierzyć 100 cm³ roztworu A do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,01 mg chromu.

1/ Roztwór wzorcowy molibdenu: 0,1000 g molibdenu lub 0,1829 molibdenianu amonowego umieścić w zlewce pojemności 250 cm³ i rozpuścić w 25 cm³ kwasu azotowego 1+1, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg molibdenu.

2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 8 zlewek teflonowych pojemności 150 cm³ odważyć po 1,0 g węgla wolframu, dodać 20 cm³ wody i 20 cm³ mieszaniny kwasów.

Po rozpuczeniu odmierzyć do zlewek kolejno: 0; 1,0; 5,0; 10,0 cm³ roztworu wzorcowego B chromu oraz 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 cm³ roztworu A chromu i molibdenu /co odpowiada ilości 0,0; 0,010; 0,050; 0,100 mg Cr i 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 mg Cr i Mo/, po czym postępować dalej zgodnie z punktem 2.5.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

2.5. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 1,0 g próbki do zlewki teflonowej pojemności 150 cm³ i dodać 20 cm³ wody i 20 cm³ mieszaniny kwasów, przykryć zlewkę pokrywką teflonową i ogrzewać na łaźni wodnej aż do całkowitego rozpuczenia próbki.

Roztwór ostudzić i przenieść do kolby pomiarowej polipropylenowej pojemności 100 cm³ dodać 10 cm³ roztworu chlorku amonowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Równocześnie z próbą badaną wykonać próbę kontrolną na czystość odczynników /ślepa próba/.

Wykonać pomiar absorpcji przy długości fali 359,35 nm dla chromu i 313,3 nm dla molibdenu w ustalonych optymalnych warunkach dotyczących szerokości szczeliny, wysokości palnika oraz ze zwiększonym przepływem acetyleny, celem uzyskania płomienia o charakterze redukującym.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość chromu lub molibdenu /X/ obliczyć w procentach, wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

w którym:

m_1 - zawartość chromu lub molibdenu w roztworze badanym, odczytana z krzywej wzorcowej, przy analizie próbki, g,

m_2 - zawartość chromu lub molibdenu odczytana z krzywej wzorcowej przy ślepej próbie, g,

m - odważka próbki, g.

2.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości chromu:

od 0,001 do 0,010 % ——— 0,0005 %,

chromu i molibdenu:

od 0,010 do 0,100 % ——— 0,002 %.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-79/0682-10

1. Instytucja opracowująca normę - Huta Baildon

2. Autorzy projektu normy: dr J. Mroziński, mgr inż. Z. Kościelniak - Huta Baildon