

LAMPY ELEKTRONOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-65 <u>3273-01</u>
	Gettery barowe rozpylane Metoda oznaczania ilości odparowanego baru	
	Grupa katalogowa VI 99	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy Przedmiotem normy jest sposób oznaczania ilości baru odparowanego z getterów barowych

1.2. Zakres stosowania Metodę stosuje się do oznaczania baru w lustrze w ilościach od 1 do 60 mg, naparowanego na podłoże szklane

1.3. Normy związane

PN/C-06501 Odczynniki Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania Lustro barowe rozprowadza się w kwasie solnym i w otrzymanym roztworze oznacza się zawartość baru metodą miareczkową przy użyciu roztworu wersenianu dwusodowego

2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz d a , roztwór 0,1n
- b) Wodorotlenek sodowy cz d.a , roztwór 0,1n
- c) Amoniak, roztwór wodny nie zawierający dwutlenku węgla (0,9) cz d.a (PN/C-06501 p 2)
- d) Cyjanek potasowy cz d a , roztwór 0,5m
- e) Chlorek sodowy cz d a
- f) Wskaźnik - metaloftaleina z zielenią naftolową B i z czerwieńią metylową
Utrzeć w moździerzu agatowym metaloftaleinę, zieleni naftolową B, czerwień metylową i chlorek sodowy, odważone w stosunku wagowym 1 0,5 : 0,05 .15
- g) Roztwór wzorcowy baru około 0,01m odważyć 2,444 g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$. Przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, rozpuścić w małej ilości wody, po czym dopełnić wodą destylowaną do kreski Zawartość baru w roztworze wzorcowym oznaczyć metodą wagową jako $BaSO_4$
- h) Wersenian dwusodowy cz d a , roztwór 0,005m : odważyć 1,961 g dwuwodnego wersenianu dwusodowego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 l, rozpuścić w małej ilości wody, po czym dopełnić wodą do kreski

Miano roztworu wersenianu dwusodowego nastawić na roztwór wzorcowy baru, postępując według podanego sposobu. do kolby stożkowej pojemności 200 ml wlać pipetą 10 ml roztworu wzorcowego baru, 5 ml amoniaku, 0,5 roztworu cyjanu potasowego, dodać szczyptę wskaźnika i miareczkować, jak podano w 2 4

i) Wersenian dwusodowy cz d a , roztwór 0,01 m : odważyć 3,722 g dwuwodnego wersenianu dwusodowego i dalej postępować, jak podano w 2 2 h)

j) Papierki uniwersalne (PN/C-06501 p 25)

k) Woda destylowana wolna od CO_2 (PN/C-06501 p. 31).

2.3. Przygotowanie próbki Sposób przygotowania próbki do oznaczania zależy od ilości baru w lustrze

a) Przy zawartości baru w lustrze od 1 do 4 mg postępować według podanego sposobu lustro barowe rozpuścić w 10 ml 0,1n kwasu solnego Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 200 ml, ogrzać do wrzenia i utrzymywać w stanie wrzenia w ciągu 10 min Oziębnić i dalej postępować, jak podano w 2.4.

b) Przy zawartości baru w lustrze powyżej 4 mg postępować według podanego sposobu lustro barowe rozpuścić w 25 ml 0,1n kwasu solnego Otrzymany roztwór gotować w ciągu 10 min, a następnie po oziębieniu przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml Uzupełnić wodę do kreski Zawartość kolby dokładnie wymieszać Następnie do kolby stożkowej pojemności 200 ml wlać pipetą 25 ml przygotowanego roztworu i dalej postępować, jak podano w 2.4

W przypadku obecności w roztworze części nierozpuszczalnych roztwór przed wprowadzeniem do kolby pomiarowej przesączyć przez twardy sączek.

2.4. Wykonanie oznaczania Roztwór przygotowany do oznaczania zgodnie z 2 3, zobojętnić 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego do odczynu słabo kwaśnego (pH roztworu około 6 sprawdzić papierkiem uniwersalnym) Do roztworu dodać 5 ml amoniaku

Przemysłowy Instytut Elektroniki

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Elektronicznego i Teletechnicznego „Unitra” dnia 25 stycznia 1965 r
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 15 kwietnia 1965 r

(Mon Pol nr 19/1965 poz 88)

0,5 ml roztworu cyjanku potasowego oraz szczyptę wskaźnika (roztwór powinien mieć barwę lekko fioletową). Uzupełnić wodą do objętości 50 ml i miareczkować natychmiast roztworem wersenianu dwusodowego (aby zapobiec wytrącaniu się węglanu barowego) do zmiany zabarwienia roztworu z fioletowego w lekko szarozielone.

Przy zawartościach baru w roztworze miareczkowym do 7 mg stosować 0,005m roztwór wersenianu dwusodowego, powyżej 7 mg - 0,01m roztwór wersenianu dwusodowego

2.5. Obliczanie wyników Zawartość baru X obliczyć w miligramach wg wzorów :

a) przy zawartości baru w próbce do 4 mg

$$X = V \cdot k$$

w którym :

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

k - miano roztworu wersenianu dwusodowego, mg Ba na 1 ml.

b) przy zawartości baru w próbce powyżej 4 mg

$$X = V \cdot k \cdot 4$$

w którym :

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

k - miano roztworu wersenianu dwusodowego, mg Ba na 1 ml

2.6. Wynik Dla próbek o zawartości baru poniżej 4 mg podać wynik pojedynczego oznaczenia Dla próbek o zawartości baru powyżej 4 mg przyjmuje się średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z 2.7

2.7. Dokładność oznaczania Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń wynoszą przy zawartościach baru w próbce .

4 - 25 mg - 0,3 mg,

powyżej 25 mg - 0,5 mg.

K O N I E C