

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-83/0602-54
	Analiza chemiczna stali. Oznaczanie selenu w stalach transformatorowych i niskostopowych	Gr.kat. 0309

1. W S T Ę P

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania selenu w stalach transformatorowych i niskostopowych: spektrofotometryczna i atomowej spektrometrii absorpcyjnej z elektrotermiczną atomizacją.

1.2. Zakres stosowania metod. Metodę spektrofotometryczną stosuje się dla zakresu od 0,003 do 0,2 % selenu, a metodę atomowej spektrometrii absorpcyjnej od 0,0008 do 0,02 % selenu.

2. METODA SPEKTROFOTOMETRYCZNA

2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym z dodatkiem kwasu fluorowodorowego. Przeprowadzenie redukcji selenu do selenu elementarnego chlorkiem cynawym w środowisku kwasu solnego i fosforowego. Pomiar absorpcji pseudoroztworu selenu przy długości fali 410 nm.

2.2. Aparatura i przyrządy

Spektrofotometr z wyposażeniem.

2.3. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas azotowy /1.4/, roztwór 1 + 1,

b/ kwas solny /1,18/, roztwór 1 + 1,

c/ kwas fluorowodorowy /1,13/,

d/ kwas fosforowy /1,73/,

e/ chlorek cynawy, roztwór 35-procentowy; 35 g chlorku cynawego / $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ / rozpuścić na gorąco w 50 cm^3 kwasu solnego /1,18/, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i uzupełnić wodą do kreski. Roztwór przygotować bezpośrednio przed użyciem.

f/ Guma arabska, roztwór 0,5-procentowy

g/ Wzorcowy roztwór selenu: 0,1 g selenu metalicznego rozpuścić w 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego 1 + 1, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm^3 wzorcowego roztworu zawiera 100 μg selenu.

2.4. Sporządzenie wykresu wzorcowego. Do sześciu zlewek pojemności 250 cm^3 odważyć po 0,5 g stali transformatorowej /nie zawierającej selenu/ lub żelaza armco i odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 i 6,0 cm^3 wzorcowego roztworu selenu. Do zlewek dodać po 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego 1+1 i rozpuszczać próbki pod przykrywkami do wygotowania tlenków azotu. Następnie dodać 0,5 cm^3 kwasu fluorowodorowego i roztwory odparować do konsystencji syropu. Po ochłodzeniu pozostałość rozpuścić w 40 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/ /bez intensywnego podgrzewania/ i przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 , spłukując zlewki roztworem kwasu solnego /1+1/. Następnie do każdej kolby odmierzyć po 5 cm^3 kwasu fosforowego, 10 cm^3 roztworu chlorku cynawego i 5 cm^3 roztworu gumy arabskiej, mieszając intensywnie po dodaniu każdego od-

Instytut Metalurgii Żelaza

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem nr 24/83
z dnia 22.11.1983 r. jako norma obowiązująca od dnia 1.10.1984 r.

czynnika. Roztwory w kolbach uzupełnić do kreski roztworem kwasem solnym /1+1/ dobrze wymieszać.

Po 30 min. zmierzyć absorpcję przy długości fali 410 nm w kuwetach o grubości warstwy 4 cm, w odniesieniu do roztworu, niezawierającego wzorcowego roztworu selenu. Na podstawie otrzymanych wyników sporządzić wykres wzorcowy.

2.5. Wykonanie oznaczania. 0,5 g /0,25 g przy zawartości Se powyżej 0,06 %/ próbki odważyć do zlewki pojemności 250 cm³, dodać 20 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+1) i dalej postępować jak opisano w 2.4. Pomiary absorpcji wykonywać, stosując jako roztwór porównawczy próbkę ślepą, sporządzoną równolegle z próbką z 0,5 g /0,25 g/ żelaza armco lub 0,5 g /0,25 g/ stali transformatorowej nie zawierającej selenu.

2.6. Zawartość selenu w procentach obliczyć ze wzoru:

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10^6} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - zawartość selenu, odczytana z wykresu wzorcowego, μg
 m - masa odważki próbki, g

3. METODA ATOMOWEJ SPEKTROMETRII ABSORPCYJNEJ Z ELEKTROTERMICZNA ATOMIZACJA

3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczanie próbki w kwasie azotowym z dodatkiem kwasu fluorowodorowego, pomiar absorbancji wyrażonej wysokością piksu przy długości fali 196,03 nm.

3.2. Aparatura i przyrządy

- a/ Spektrometr do absorpcji atomowej wyposażony w deutenowy korektor tła i bezpłomienio-
wy atomizer grafitowy,
 b/ Lampa bezelektrodowa, wyładowcza dla selenu,
 c/ Butla z argonem czystości 99,99 %,
 d/ Mikropipeta pojemności 20 μl .

3.3. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas azotowy /1,4/ roztwór 1+1,
 b/ Kwas fluorowodorowy /1,13/,
 c/ Roztwór żelaza: 2,5 g żelaza armco rozpuścić na gorąco w 100 cm³ roztworu kwasu azo-
wego /1+1/, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³ i uzupełnić wodą do kreski,
 1 cm³ zawiera 10 mg żelaza.
 d/ Roztwór niklu: 2 g niklu katodowego rozpuścić w 50 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/,
 Po rozpuszczeniu, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą
 do kreski.
 1 cm³ roztworu zawiera 20 mg niklu.
 e/ Roztwory wzorcowe selenu. Roztwór A: 0,1 g metalicznego selenu rozpuścić w 20 cm³ kwa-
 su azotowego /1+1/, po rozpuszczeniu, przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności
 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.
 1 cm³ roztworu A zawiera 100 μg selenu.
 Roztwór B: Odebrać 10 cm³ roztworu wzorcowego selenu A i przenieść do kolby pojemności
 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski.
 1 cm³ roztworu B zawiera 10 μg selenu.

3.4. Sporządzenie wykresu wzorcowego. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ do-
dać po 25 cm³ roztworu żelaza, oraz po 1 cm³ roztworu niklu, Odmierzyć kolejno 0; 0,2; 1,0;
 2,0; 4,0 i 5,0 cm³ roztworu wzorcowego selenu B. Kolby uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
 Wykonać pomiar absorpcji, wprowadzając do elektrotermicznego atomizera grafitowego 20 μl
 roztworu przy użyciu mikropipety. Warunki pomiaru podano w tabelicy 1.

Tablica 1

Parametry pracy atomizera grafitowego i spektrometru

Długość fali nm	Szczelina nm	Suszenie ^{1/}		Spopielanie ^{2/}		Atomizacja ^{3/}	
		temperatura °C	czas s	temperatura °C	czas s	temperatura °C	czas s
196,03	0,7	125	20	1100	15	2550	5

1/ stosować stopniowy wzrost temperatury /około 15°C/s/, przepływ argonu - 400 cm³/min.
 2/ stosować stopniowy wzrost temperatury /około 670°C/s/, przepływ argonu - 400 cm³/min.
 3/ stosować przepływ argonu zmniejszony do 50 cm³/min, zmierzyć wysokość pików w jednostkach absorbancji

Pojedynczy wynik stanowi średnią pięciu cykli pomiarowych. Sporządzić wykres zależności wysokości pików od stężenia selenu.

3.5. Wykonanie oznaczenia. Do zlewki pojemności 250 cm³ odważyć 0,25 g próbki i rozpuścić w 10 cm³ roztworu kwasu azotowego /1+1/, łagodnie ogrzewać. Po rozpuszczeniu dodać 0,5 cm³ kwasu fluorowodorowego. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³, dodać 1,0 cm³ roztworu niklu i dopełnić wodą do kreski. Wprowadzić do atomizera porcje 20 µl za pomocą mikropipety. Wykonać pomiar absorbancji w warunkach, jak podano w 3.4. Pojedynczy wynik pomiaru stanowi średnią pięciu cykli pomiarowych, równolegle przygotować próbkę ślepe rozpuszczając 0,25 g żelaza armco, postępować identycznie jak wyżej.

3.6. Obliczenie wyników. Wartość stężenia selenu w próbce odczytać z wykresu wzorcowego. Zawartość selenu w procentach obliczyć ze wzoru:

$$X = \frac{C - C_1}{m \cdot 10^6} \cdot 100$$

w którym:

- C - stężenie selenu w próbce analizowanej, odczytane z wykresu wzorcowego, µg/cm³
- C₁ - stężenie selenu w próbce ślepej, µg/cm³
- m - odważka próbki, g
- V - objętość roztworu próbki w cm³

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1/ Institucja opracowująca normę: Instytut Metalurgii Żelaza

2/ Opracowanie pierwsze na podstawie pracy badawczej. Sprawozdanie IMZ Nr 2609/81

3/ Autorzy projektu normy: inż. Irena Sheybal, mgr Tadeusz Glenc