

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-85/0682-01
	Analiza chemiczna surowców, mieszanek węglików i węglików spiekanych. Oznaczanie zawartości glinu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej.	Zamiast: BN-76/0682-01
		Grupa katalogowa 0359

### 1. W S T Ę P

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie całkowitej zawartości glinu metodami atomowej spektrometrii absorpcyjnej /ASA/ płomieniową i bezpłomieniową, rowcach /parawolframianie amonu, trójtlenku wolframu, kwasie wolframowym/, mieszankę węglików metali wysokotopliwych z metalem wiążącym i wyrobach z węglików spiekanych.

1.2. Metody i zakresy stosowania - wg tablicy.

Metoda	Zakres zastosowania, %	Metoda podana w punkcie
atomowej spektrometrii absorpcyjnej - płomieniowa	0,001-0,01	3.1.
atomowej spektrometrii absorpcyjnej - bezpłomieniowa	0,0002-0,005	3.2.

### 2. WYTYCZNE OGÓLNE

Przy przygotowaniu próbek analitycznych i przeprowadzaniu analizy należy stosować ogólne wytyczne wg PN-76/H-04240 i PN-80/H-04042.

### 3. METODY BADAŃ

3.1. Metoda atomowej spektrometrii absorpcyjnej z zastosowaniem płomienia acetylen-podtlenek azotu.

3.1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasu siarkowego i siarczanu amonowego, rozcieńczenie wodą destylowaną i pomiar absorpcji roztworu przy długości fali 309,3 nm w płomieniu acetylen-podtlenek azotu.

3.1.2. Aparatura

a/ spektrometr do absorpcji atomowej, przystosowany do pracy z płomieniem acetylen-podtlenek azotu,

b/ lampa z katodą węgłową dla glinu,

c/ butle ze sprężonym acetylenem i podtlenkiem azotu,

d/ kompresor powietrzny lub inne źródło dostawy powietrza.

3.1.3. Odczynniki i roztwory.

a/ mieszanina do rozpuszczania: 63 g siarczanu amonowego + 100 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego /1,83/,

b/ roztwory wzorcowe glinu:

Huta Baildon

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem nr 9/85

z dnia 1985.07.19

jako obowiązująca od dnia 1986.07.01

Roztwór A: 1,000 g aluminium o zawartości minimum 99,95 % Al w postaci folii umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego /1+1/ z dodatkiem 2 cm<sup>3</sup> 0,2 % /m/m/ roztworu chlorku niklowego jako katalizatora. Po rozpuszczeniu glinu przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera  
1 mg glinu.

Roztwór B: 20 cm<sup>3</sup> roztworu A odmierzyć do kolby pojemności 200 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu B zawiera 0,1 mg glinu.

Roztwór C: 20 cm<sup>3</sup> roztworu B odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu C zawiera 0,01 mg glinu.

3.1.4. Przygotowanie krzywych wzorcowych. Do 7 kolb stożkowych odważyć po 1,0 g trójtlenku wolframu i dodać po 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny do rozpuszczania. Kolby przykryć szkiełkiem zegarkowym i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 400°C. Po całkowitym rozpuszczeniu próbki, roztwór ochłodzić i odmierzyć kolejno 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego C. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> i postępować dalej zgodnie z pkt 3.1.5. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

3.1.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,0 g próbki do kolby stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny do rozpuszczania, przykryć szkiełkiem zegarkowym i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 400°C. Po rozpuszczeniu roztwór rozcieńczyć wodą i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Kolbę dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Odsączyć osad przez twardy sączek do zlewki pojemności 100 cm<sup>3</sup>, odrzucając pierwsze porcje przesączu. Pomiar absorpcji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 309,3 nm, przy ustalonych optymalnych warunkach dotyczących szerokości szczeliny, wysokości palnika oraz przepływu acetylenu i podtlenu azotu.

3.1.6. Obliczanie wyników. Zawartość glinu /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{c - c_1}{m \cdot 10^6} \cdot V \cdot 100,$$

w którym:

- c - stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze analizowanej próbki, odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm<sup>3</sup>
- c<sub>1</sub> - stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze ślepej próby, odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm<sup>3</sup>
- V - objętość analizowanego roztworu próbki, cm<sup>3</sup>
- m - masa odważki próbki analizowanej lub odpowiadająca części roztworu próbki pobranej do oznaczania, g.

3.1.7. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości glinu od 0,001 do 0,01 % nie powinna przekraczać 0,0005 %.

3.2. Metoda atomowej spektrometrii absorpcyjnej-bezplomieniowa.

3.2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasu siarkowego i siarczuanu amonowego, rozcieńczenie wodą destylowaną i pomiar absorpcji roztworu przy długości fali 309,3 nm po wprowadzeniu próbki do kuwety grafitowej.

3.2.2. Aparatura.

- a/ spektrometr do absorpcji atomowej, wyposażony w deuterowy korektor tła,
- b/ kuweta grafitowa,
- c/ lampa z katodą wnąkową dla glinu,
- d/ butla ze sprężonym argonem.

3.2.3. Odczynniki i roztwory.

- a/ mieszanina do rozpuszczania: 63 g siarczuanu amonowego + 100 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego /1,83/,
- b/ roztwory wzorcowe glinu;

Roztwór A: 0,10 g glinu o zawartości minimum 99,95 % Al w postaci folii umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego /1+1/ z dodatkiem 2 cm<sup>3</sup> 0,2 % /m/m/

roztworu chlorku niklowego jako katalizatora. Po rozpuszczeniu glinu przenieść roztwór do kolby pomiarowej 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera  
0,10 mg glinu.

Roztwór B: 20 cm<sup>3</sup> roztworu A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu B zawiera 0,01 mg glinu.

Roztwór C: 50 cm<sup>3</sup> roztworu B odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu C zawiera 0,0025 mg glinu.

3.2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 8 kolb stożkowych pojemności 300 cm<sup>3</sup> odważyć po 1,0 g trójtlenku wolframu, dodać po 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny do rozpuszczania. Kolby przykryć szkiełkiem zegarkowym i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 400°C. Po rozpuszczeniu próbki roztwór ochłodzić i odmierzyć kolejno: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0; 16,0; 20,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego C. Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> i postępować dalej zgodnie z punktem 3.2.5. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

3.2.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,0 g próbki do kolby stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny do rozpuszczania, przykryć szkiełkiem zegarkowym i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 400°C. Po rozpuszczeniu roztwór rozcieńczyć wodą i przenieść do kolby pomiarowej 100 cm<sup>3</sup>. Kolbę dopełnić do kreski wodą i wymieszać. Odsączyć osad przez twardy sączek do zlewki pojemności 100 cm<sup>3</sup>, odrzucając pierwsze porcje przesączu. Pomiar absorpcji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 309,3 nm, w ustalonych optymalnych warunkach dotyczących ilości wprowadzonego roztworu, prądu lampy deuterowej, szerokości szczeliny, szybkości posuwu i czułości rejestratora, przy temperaturze suszenia 100°C, temperaturze spoielenia 1500°C i temperaturze atomizacji 2700°C oraz zamkniętego przepływu argonu.

3.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość glinu /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{c - c_1}{m \cdot 10^6} \cdot V \cdot 100, \text{ w którym}$$

- c - stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze analizowanej próbki, odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm<sup>3</sup>,
- c<sub>1</sub> - stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze ślepej próby, odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm<sup>3</sup>,
- V - objętość analizowanego roztworu próbki, cm<sup>3</sup>
- m - masa odważki próbki analizowanej lub odpowiadająca części roztworu próbki pobranej do oznaczania, g.

3.2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości glinu od 0,0002 do 0,005 % nie powinna przekraczać 0,0001 %.

K O N I E C