

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Spektrograficzna metoda oznaczania zanieczyszczeń w magnezie hutniczym	0803-08
		Grupa katalogowa III 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest spektrograficzna metoda oznaczania glinu, manganu, cynku, żelaza, krzemu, miedzi i niklu w magnezie hutniczym wg PN-69/H-82161.

1.2. Zakresy stosowania metody z dopuszczalną różnicą między wynikami równoległych oznaczeń

Oznaczany pierwiastek	Zakres stosowania metody %	Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń %
1	2	3
Glin Al	0,05 + 0,20	±0,015
	0,21 + 0,50	±0,025
	0,51 + 1,5	±0,040
	1,6 + 3,0	±0,10
Mangan Mn	0,015 + 0,05	±0,002
	0,06 + 0,20	±0,004
Cynk Zn	0,04 + 0,10	±0,005
	0,11 + 0,35	±0,015
Żelazo Fe	0,005 + 0,015	±0,002
	0,016 + 0,045	±0,004
Krzem Si	0,007 + 0,03	±0,002
	0,04 + 0,10	±0,005
	0,11 + 0,20	±0,010
Miedź Cu	0,005 + 0,02	±0,001
	0,03 + 0,10	±0,005
	0,11 + 0,30	±0,015
Nikiel Ni	0,001 + 0,004	±0,0005

1.3. Normy związane

PN-69/H-82161 Magnez hutniczy

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Wzbudzenie wzorców i próbek (po 4 razy) w postaci proszków oraz rejestracja widm na kliszy fotograficznej. Wykreślanie krzywych analitycznych w oparciu o pomiary fotometryczne zaczernień par linii analitycznych we wzorcach. Odczytanie z krzywych analitycznych zawartości oznaczanych pierwiastków w próbkach badanych na podstawie pomiarów fotometrycznych wykonanych w warunkach identycznych jak dla wzorców.

2.2. Aparatura i urządzenia

- Spektrograf z optyką kwarcową średniej dyspersji.
- Generator łuku przerywanego prądu zmiennego.
- Waga analityczna.
- Moździerz agatowy do ucierania tlenku magnezu.

2.3. Materiały pomocnicze i odczynniki

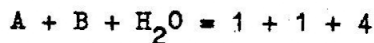
- Wzorce proszkowe; co najmniej 5 wzorców tlenku magnezowego o różnej zawartości glinu, manganu, cynku, żelaza, krzemu, miedzi i niklu obejmujące zakres podany w 1.3, wyprażone w temperaturze 600°C.
- Elektrody węglowe:
 - elektroda dolna - średnica 5 mm, średnica krateru - 2 mm, głębokość krateru - 5 mm,
 - elektroda górna - stożek ostry o kącie wierzchołkowym 60°.
- Płyty fotograficzne ORWO - blau hart.
- Parownice porcelanowe.
- Kwas azotowy, roztwór (1+1), cz.d.a.
- Amoniak, roztwór 18-procentowy.

Walcownia Metali „Dziedzice” w Czechowicach-Dziedzicach

Ustanowiona przez Zjednoczenie Górniczo-Hutnicze Metali Nieżelaznych dnia 25 sierpnia 1967 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 28 grudnia 1967 r. (Mon. Pol. nr 71/1967 poz. 349)

g) Wywoływacz:

roztwór A - 100 g wodorotlenku potasowego/l wody,
roztwór B - 40 g pirosiarczynu potasowego + 40 g
hydrochinonu + 8 g bromku potasowego/l wody



h) Utrwalacz uniwersalny Foton.

2.4. Przygotowanie próbek. Około 0,5 g wiórków magnezu rozpuścić w 20 ml kwasu azotowego (1+1), następnie zobojętnić 18-procentowym roztworem amoniaku przy ciągłym mieszaniu. Odparować do gęstej konsystencji, pozostałość prażyć początkowo w temperaturze 250°C w celu usunięcia tlenków azotowych i jeszcze około 2 godz przy 600°C dla otrzymania tlenku magnezowego. Po dokładnym roztarciu w moździerzu agatowym ładować próbkę w uprzednio wypalane elektrody węglowe i poddawać wzbudzeniu.

2.5. Warunki wzbudzania i rejestracji widm

Warunki wzbudzania - łuk przerywany prądu zmiennego, liczba impulsów/min - 240, przerwa między impulsami w sekundach - 1,5/10, czas impulsów sekundach - 1/10.

Natężenie	- 7 A
Szerokość szczeliny spektrografu	- 0,02 mm
Czas przedpalenia	- 10 s
Czas ekspozycji	- 20 s
Odległość między elektrodami	- 2 mm
Warunki wypalania elektrod	- łuk prądu zmiennego, 8 A, 15 s

2.6. Fotometrowanie

Skala mikrofotometru	- logarytmiczna S
Szerokość szczeliny	- 0,4 mm
Wysokość szczeliny	- 10 mm

2.6.1. Fotometrowane linie w Å

Al 0,05 - 0,45%	Al 3961,5 - tło
Al 0,45 - 3,0%	Al 3082,2
Mn 0,015 - 0,20%	Mn 2605,7

Zn 0,04 - 0,35%	Zn 3345,0
Fe 0,005 - 0,045%	Fe 2599,6
Si 0,007 - 0,20%	Si 2881,6
Cu 0,005 - 0,075%	Cu 3273,9
Cu 0,075 - 0,30%	Cu 2824,4
Ni 0,001 - 0,004%	Ni 3414,0

Linia wzorca wewnętrznego Mg - 2776,7.

2.7. Obróbka fotochemiczna płyt. Bezpośrednio przed wywołaniem zmieszać 50 ml roztworu A z 50 ml roztworu B i 200 ml wody destylowanej. Czas wywołania w temperaturze $19 \pm 1^\circ\text{C}$ powinien wynosić 60 s. Po przemyciu wodą płytę utrwalić w ciągu 15 min a następnie starannie wypłukać w bieżącej wodzie w ciągu 15 min i wysuszyć.

2.8. Obliczanie wyników. Dla każdego widma obliczyć różnicę zaczernień linii oznaczanych pierwiastków oraz linii wzorca wewnętrznego według wzoru:

$$\Delta S = S_a - S_w$$

gdzie:

- ΔS - różnica zaczernień linii oznaczanego pierwiastka i linii wzorca wewnętrznego,
- S_w - zaczernienie linii analitycznej wzorca wewnętrznego,
- S_a - zaczernienie linii analitycznej pierwiastka oznaczonego.

Na podstawie znanego składu chemicznego wzorców oraz otrzymanych dla nich różnic zaczernień dla każdego oznaczanego pierwiastka, wykreślić krzywe analityczne, odcinając na osi odciętych siatki logarytmicznej zawartości procentowe danego składnika wzorcowego, a na osi rzędnych odpowiadające im ΔS .

Obliczyć ΔS dla każdego pierwiastka w badanej próbce i z odpowiednich krzywych wzorcowych dla danej płyty fotograficznej znaleźć szukane zawartości procentowe.

K O N I E C