

| | | |
|-------------------------------------|------------------|--------------------------|
| HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH | NORMA BRANŻOWA | BN-76 |
| | Aluminium-magnez | 0885-05 |
| | Proszek mielony | Zamiast BN-70/0885-05 |
| | | Grupa katalogowa III 56 |

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest proszek aluminium-magnez otrzymywany przez mielenie stopu, stosowany w pirotechnice, do produkcji stali kwasoodpornych i do celów specjalnych.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. W zależności od stopnia rozdrobnienia rozróżnia się cztery odmiany proszku aluminium-magnez:

— 0,150 proszek o wielkości ziarn nie przekraczającej 0,150 mm,

— 0,300 proszek o wielkości ziarn nie przekraczającej 0,300 mm,

— 0,420 proszek o wielkości ziarn nie przekraczającej 0,420 mm,

— 0,700 proszek o wielkości ziarn nie przekraczającej 0,700 mm.

2.2. Przykład oznaczenia mielonego (M) proszku aluminium-magnez (Al-Mg), odmiany 0,300:

MIELONY PROSZEK ALUMINIUM-MAGNEZ
MAlMg-0,300 BN-76/0885-05

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Proszek powinien mieć kolor szary z połyskiem metalicznym. W przypadku odmiany 0,150 dopuszcza się brak połysku.

Proszek powinien być wolny od zanieczyszczeń mechanicznych oraz nie powinien być zbity w grudki.

3.2. Kształt ziarn proszku powinien być odłamkowy.

3.3. Skład chemiczny proszku — wg tabl. 1.

Tablica 1

| Oznaczenie proszku | Skład chemiczny, % | | | | | Metale aktywne % min |
|---------------------------|----------------------|--------|--|-----|------|-------------------------|
| | Składniki podstawowe | | Dopuszczalne zawartości zanieczyszczeń | | | |
| | Al _{min} | Mg | Fe | Si | Cl | |
| MAlMg-0,150 ¹⁾ | | | | | | 95,5 ¹⁾ |
| MAlMg-0,300 ²⁾ | 47 ÷ 53 | reszta | 0,4 | 0,2 | 0,02 | 97 |
| MAlMg-0,420 | | | | | | 97,5 |
| MAlMg-0,700 | | | | | | 98 |

¹⁾ W gatunku MAlMg-0,150 przeznaczonym do celów specjalnych, po uzgodnieniu z wytwórcą, zawartość aktywnych metali powinna wynosić minimum 97,5%.

²⁾ Na żądanie zamawiającego, po uzgodnieniu z wytwórcą, zawartość miedzi w przypadku przeznaczenia proszku do celów specjalnych w odmianach 0,300 i 0,150 nie powinna przekraczać 0,015%.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
dnia 17 listopada 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 3/1977 poz. 8)

3.4. Wilgotność proszku nie powinna przekraczać 0,1%.

3.5. Skład ziarnowy proszku — wg tabl. 2.

Tablica 2

| Oznaczenie proszku | Klasy ziarnowe, mm | | | | | | Nadziarno % max |
|--------------------|--------------------|----------|----------|----------|----------|----------|-----------------------|
| | do 0,075 | do 0,150 | do 0,300 | do 0,420 | do 0,600 | do 0,700 | |
| | udział funkcji, % | | | | | | |
| MAIMg-0,150 | max 92 | 100 | — | — | — | — | 0,5 |
| MAIMg-0,300 | max 22 | min 92 | 100 | — | — | — | 0,5 |
| MAIMg-0,420 | — | max 8 | min 92 | 100 | — | — | 0,5 |
| MAIMg-0,700 | — | — | max 8 | — | min 92 | 100 | 0,5 |

Po uzgodnieniu pomiędzy zamawiającym a wytwórcą dopuszcza się wykonanie proszku o innym składzie ziarnowym niż podano w tablicy.

3.6. Gęstość nasypowa powinna wynosić:

0,7 ÷ 0,9 g/cm³ dla odmiany 0,150,

0,8 ÷ 1,0 g/cm³ dla odmiany 0,300.

Dla pozostałych odmian gęstość nasypowa powinna być uzgodniona pomiędzy wytwórcą i odbiorcą z odchyłką nie większą niż 0,2 g/cm³.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Proszek mielony MAIMg należy pakować do hoboków wg BN-65/5043-01, wypełniając je możliwie do pełna, przykryć papierem pakowym parafinowanym wg BN-70/7326-13, a następnie szczelnie zamknąć i zaplombować. Hoboki powinny być wolne od zanieczyszczeń, wilgoci i nie powinny być pogięte i nieszczelne. Masa hoboka wraz z proszkiem nie powinna przekraczać 100 kg. Do wnętrza każdego hoboka należy włożyć etykietkę, a na zewnątrz dołączyć przywieszkę zawierającą co najmniej następujące dane:

- nazwę wytwórcy,
- nazwę produktu,
- odmianę proszku,
- numer partii,
- numer hoboka,
- datę zamknięcia hoboka,
- masę brutto i netto.

Ponadto na bocznej stronie hoboka należy namalować farbą olejną litery MAIMg oraz nakleić napis: „Ostrożnie z ogniem — materiał wybuchowy! — chronić przed wilgocią”.

4.2. Przechowywanie. Proszek opakowany zgodnie z 4.1 należy przechowywać w pomieszczeniach krytych, suchych i czystych, zabezpieczają-

cych proszek przed wilgocią i aktywnymi chemikaliami.

4.3. Transport. Proszek należy przewozić opakowany zgodnie z 4.1 w suchych i krytych środkach transportowych z zachowaniem obowiązujących przepisów w transporcie kolejowym lub samochodowym. Załadowywanie i wyładowywanie powinno być przeprowadzane w miejscach krytych, unikając wstrząsów i zrzucania.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- sprawdzenie kształtu ziaren (tylko na żądanie podane w zamówieniu) (3.2),
- sprawdzenie składu chemicznego (3.3),
- sprawdzenie wilgotności (3.4),
- sprawdzenie składu ziarnowego (3.5),
- sprawdzenie gęstości nasypowej (3.6).

5.2. Partia. Partię stanowi proszek mielony aluminium-magnez jednej odmiany, otrzymany w jednym cyklu produkcyjnym. Masa partii nie powinna przekraczać 5000 kg.

5.3. Pobieranie i przygotowanie próbek

5.3.1. Pobieranie próbki pierwotnej i ogólnej należy przeprowadzać z opakowań transportowych wg PN-75/H-04936.

5.3.2. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy przeprowadzać wg PN-75/H-04936. Wielkość próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 300 g.

5.3.3. Próbkę do sprawdzenia wyglądu zewnętrznego. Sprawdzeniu wyglądu zewnętrznego podlega cała średnia próbka laboratoryjna.

5.3.4. Próbki do sprawdzenia kształtu ziaren. Do sprawdzenia kształtu ziaren należy pobrać ze średniej próbki laboratoryjnej 3 próbki po około 1 g.

5.3.5. Próbki do sprawdzenia składu chemicznego i wilgotności. Do sprawdzenia składu chemicznego i wilgotności należy pobrać ze średniej próbki laboratoryjnej próbkę w ilości 50 g.

5.3.6. Próbki do sprawdzenia składu ziarnowego. Do sprawdzenia składu ziarnowego należy pobrać ze średniej próbki laboratoryjnej próbkę w ilości 100 g.

5.3.7. Próbki do sprawdzenia gęstości nasypowej. Do sprawdzenia gęstości nasypowej należy pobrać ze średniej próbki laboratoryjnej próbkę w ilości około 100 g.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego należy przeprowadzać nieuzbrojonym okiem. Sprawdzenie koloru proszku należy przeprowadzać przy świetle dziennym.

5.4.2. Sprawdzenie kształtu ziaren należy przeprowadzać pod mikroskopem przy powiększeniu 100-krotnym.

5.4.3. Sprawdzenie zawartości aktywnych metali

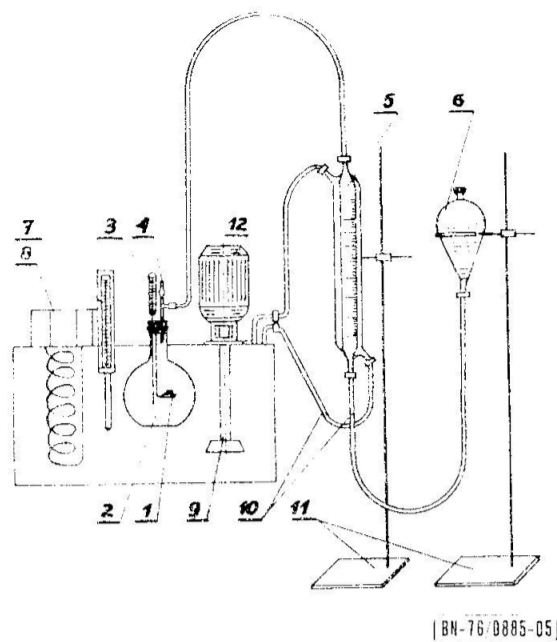
5.4.3.1. Zasada oznaczania. Zawartość aktywnych metali oznacza się metodą gazowolumetryczną. Metoda polega na działaniu kwasu solnego na proszek aluminium-magnez i wywiązywaniu się wodoru według reakcji



Procentową zawartość aktywnych metali oblicza się z ilości wydzielonego wodoru, stosując współczynnik przeliczeniowy wodoru na masę próbki proszku metalu.

5.4.3.2. Aparatura

Całość urządzenia zamocowana jest na dwóch statywach. Biureta gazowa połączona jest za pomocą węża gumowego z kolbą reakcyjną. W dolnej części biurety połączona jest węzłem gumowym z gruszką szklaną służącą do wyrównywania ciśnienia. W płaszczu biurety krąży woda płynąca z termostatu, tłoczona pompką wodną. Kolba reakcyjna znajduje się blisko ujścia węża gumowego odprowadzającego wodę z płaszcza otaczającego biuretę. Temperaturę wody w termostacie i płaszczu wodnym utrzymuje się przy stałej wartości 20°C za pomocą grzejnika elektrycznego termostatu i kontroluje termometrami. Próbka znajduje się w kolbie w naczynku reakcyjnym umieszczonym na podstawce z materiału kwasoodpornego (tulejka ceramiczna).



Aparat do oznaczania aktywnych metali: 1 — naczynko reakcyjne, 2 — kolba reakcyjna poj. 500 cm³, 3 — termometr rtęciowy, zakres pomiarowy do 50°C z podziałką 1/10°C, 4 — rurka szklana z kranem jednodrożnym i odprowadzeniem bocznym, 5 — biureta gazowa (z płaszczem wodnym) poj. 100 cm³ z podziałką do 0,5 cm³, 6 — gruszka szklana pozioma (naczynie poziome o pojemności 250 cm³), 7 — termometr stykowy, 8 — termostaat, 9 — pompka wodna, 10 — węże gumowe, 11 — statywy, 12 — silnik

5.4.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18), roztwór 20-procentowy.

b) Chlorek sodowy, roztwór nasycony, zakwaszony 2 kroplami kwasu solnego i zabarwiony na słabo różowy kolor oranżem metylowym.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Do naczynka reakcyjnego odważyć 0,07 g badanego proszku. W kolbie reakcyjnej pojemności 300 cm³ umieścić podstawkę z materiału kwasoodpornego, służącą do pionowego ustawienia naczynka reakcyjnego. Do kolby wlać 30 cm³ roztworu kwasu solnego i za pomocą pincety umieścić na podstawce naczynko reakcyjne z próbką. Kolbę zamknąć szczelnie korkiem, w którym umieszczona jest rurka szklana z kranem jednodrożnym i odprowadzeniem bocznym do biurety. Kran ten łączy kolbę reakcyjną z powietrzem. Kolbę należy wstawić do termostatu. Termostaat nastawić na temperaturę 20°C i uruchomić. Odkręcić kran odpowietrzający i biuretę napęlnić zabarwionym roztworem soli sporządzonym wg 5.4.3.3 b) unosząc do góry naczynie wyrównujące poziom cieczy. Przy otwartym kranie odpowietrzającym ustawić naczynko pomocnicze na takiej wysokości, aby poziom cieczy w biurecie zrównał się z podziałką zerową. Zamknąć kran, wyjąć kolbę reakcyjną z termostatu i wstrząsnąć tak, aby roztwór kwasu solnego dostał się do naczynka reakcyjnego z proszkiem. Wstrząsanie powtarzać kilkakrotnie do całkowitego rozpuszczenia proszku. Gdy gaz przestanie się wydzielać i ostygnie kolba reakcyj-

na do temperatury 20°C, ustalić objętość wydzielonego gazu. Odczyt powtarzać 3-krotnie co 15 min do osiągnięcia stałej objętości gazu. Różnica między dwoma kolejnymi pomiarami nie powinna przekraczać 0,5 cm³. Należy wykonać dwa oznaczania.

5.4.3.5. Obliczanie wyników. Zawartość aktywnych metali X w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(P - p) \cdot (V_1 + V_2) \cdot k}{T_1 \cdot m \cdot 2}$$

w którym:

P — ciśnienie barometryczne, kPa (mmHg),

p — prężność pary wodnej przy temperaturze pomiaru, kPa (mmHg),

m — odważka próbki, g,

k — współczynnik przeliczeniowy wodoru na masę proszku Al-Mg; wielkość współczynnika k w zależności od składu proszku Al-Mg podano w tabl. 3,

50 cm³ wody destylowanej, a następnie ostrożnie wymieszać z 80 cm³ kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu spłukać ścianki zlewki wodą, a następnie gotować pod szkiełkiem zegarkowym aż do otrzymania suchej pozostałości. Po ochłodzeniu próbkę zalać 15 cm³ kwasu solnego i ponowić parowanie do suchej pozostałości. Operację z kwasem solnym powtórzyć jeszcze jeden raz. Po ochłodzeniu do zawartości zlewki dodać 70 cm³ kwasu solnego, gotować aż do rozpuszczenia się soli, rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 300 cm³ i zagotować. Zawartość zlewki po ochłodzeniu przesączyć przez średni sączonek ilościowy z dodatkiem miazgi do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³. Przesącz pozostawić dla przeprowadzenia oznaczenia zawartości glinu i żelaza. Osad na sączku przemyć 8÷10 razy gorącą wodą z niewielkim dodatkiem kwasu solnego. Sączonek z osadem po wysuszeniu spopielić i wyprażyć w tyglu platynowym w temperaturze 1000÷1100°C do stałej masy. Czystość otrzymanej krzemionki sprawdzić przez odparowanie z kwasem fluorowodorowym. W tym celu

Tablica 3

| Stosunek procentowych zawartości Al do Mg | 47/53 | 48/52 | 49/51 | 50/50 | 51/49 | 52/48 | 53/47 |
|---|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| k | 0,00456 | 0,00455 | 0,00453 | 0,00452 | 0,00450 | 0,00449 | 0,00448 |

V_1, V_2 — objętość wydzielonego wodoru, cm³, odczytana z dokładnością do 0,5 cm³ w dwóch oznaczeniach,

T_1 — temperatura bezwzględna termostatu, K, odczytana z dokładnością do 0,1 K.

Jeżeli P i p podano w mmHg, wynik należy pomnożyć przez 7,5006.

5.4.3.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać przy zawartości aktywnych metali:

do 80% — 0,5%,

powyżej 80% — 1,0%.

5.4.4. Sprawdzenie zawartości krzemu

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach azotowym i solnym, odsączenie powstałego osadu i po wyprażeniu zważenie jako SiO₂. Zanieczyszczenie osadu sprawdzić przez odpędzenie krzemionki z kwasem fluorowodorowym.

5.4.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4).

b) Kwas solny (1,18).

c) Kwas siarkowy (1,83).

d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. 5 g próbki umieścić w zlewce pojemności 800 cm³, zwilżyć

do tygielka z osadem dodać 5 kropli kwasu siarkowego, odparować do usunięcia białych dymów kwasu siarkowego, ponownie wyprażyć przez 10 min w temperaturze 1000 ÷ 1100°C i po ostudzeniu zważyć (masa m_1). Do tygla dodać następnie 5 kropli kwasu siarkowego, 5 cm³ kwasu fluorowodorowego i ogrzać aż do odpędzenia kwasu siarkowego, po czym ponownie prażyć przez 10 min w temperaturze 1000 ÷ 1100°C i po ochłodzeniu zważyć (masa m_2).

5.4.4.4. Obliczanie wyników. Zawartość krzemu X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4672}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_1 — masa tygla wraz z zanieczyszczonym osadem dwutlenku krzemu, g,

m_2 — masa tygla z pozostałością po odpędzeniu dwutlenku krzemu, g,

0,4672 — zawartość krzemu w 1 g SiO₂, g,

m — odważka próbki, g.

5.4.4.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości krzemu

do 0,10% — 0,005%,

powyżej 0,10% — 0,015%.

5.4.5. Sprawdzenie zawartości glinu

5.4.5.1. Zasada oznaczania. Wytrącenie wodorotlenku glinowego za pomocą amoniaku i po wyprażeniu zważenie jako Al_2O_3 .

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny (1,18).
- Amoniak (0,90) roztwór 1+3.
- Błękit bromotymolowy, roztwór alkoholowy 1-procentowy.
- Azotan amonowy, roztwór 1-procentowy zobojętniony roztworem amoniaku.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Przesącz po oddzieleniu krzemionki wg 5.4.4.3 uzupełnić do kreski i dokładnie wymieszać. Z tego roztworu do zlewki pojemności 800 cm^3 odebrać za pomocą pipety 25 cm^3 roztworu zawierającego 0,25 g stopu. Roztwór rozcieńczyć do objętości około 500 cm^3 wodą destylowaną, ogrzać do wrzenia i po dodaniu 8 ÷ 10 kropli błękitu bromotymolowego dodawać roztworu amoniaku do uzyskania niebiesko-zielonego zabarwienia wskaźnika. Zlewkę z wytrąconym osadem słabo ogrzać przez 10 min nie dopuszczając do wrzenia, a następnie sączyć przez miękki sączek ilościowy i przemywać gorącym 1-procentowym roztworem azotanu amonowego. Osad z sączka spłukać do zlewki, w której był wytrącony, dodać 20 cm^3 kwasu solnego i ogrzewać do zupełnego rozpuszczenia, a następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 500 cm^3 , ogrzać do wrzenia i po dodaniu 8 ÷ 10 kropli wskaźnika, dodać roztworu amoniaku do zmiany barwy roztworu na niebiesko-zielony. Zlewkę z wytrąconym osadem słabo ogrzewać przez 10 min poniżej temperatury wrzenia i następnie sączyć przez ten sam sączek. Osad na sączku przemyć kilkanaście razy gorącym 1-procentowym roztworem azotanu amonowego, po czym sączek z osadem umieścić w wyprażonym do stałej masy tygłu porcelanowym i po wysuszeniu prażyć w temperaturze 1000°C przez 1 godz.

5.4.5.4. Obliczanie wyników. Zawartość glinu X w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \left(\frac{b \cdot 100}{m} - a \cdot 1,43 \right) \cdot 0,5291$$

w którym:

- b — masa wyprażonego Al_2O_3 , g,
- a — zawartość żelaza w procentach oznaczona wg 5.4.6,
- 1,43 — mnożnik analityczny do przeliczania Fe na Fe_2O_3 ,
- 0,5291 — zawartość glinu w 1 g Al_2O_3 , g,
- m — odważka próbki odpowiadająca pobranej do oznaczania części roztworu, g.

5.4.5.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 0,5%.

5.4.6. Sprawdzenie zawartości żelaza

5.4.6.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym i solnym, zredukowanie żelaza trójwartościowego roztworem chlorowodoru hydroksyloaminy do żelaza dwuwartościowego, dającego z o-fenantroliną barwny związek kompleksowy i pomiar intensywności zabarwienia przy długości fali 530 nm.

5.4.6.2. Aparatura i przyrządy. Fotokolorymetr, fotometr lub spektrofotometr z pełnym wyposażeniem.

5.4.6.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny 1,18, roztwór 1+1.
- Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 1-procentowy.
- Roztwór buforowy: 272 g octanu sodowego rozpuścić w 500 cm^3 wody destylowanej, dodać 240 cm^3 kwasu octowego lodowatego (1,05) i dopełnić do 1 dm^3 .
- o-fenantrolina, roztwór 0,25-procentowy,
- Mieszanina roztworów b), c), d) w stosunku 1:1:3¹⁾.
- Roztwór wzorcowy żelaza. 0,1 g żelaza metalicznego lub równoważną ilość tlenku żelazowego (Fe_2O_3), lub ałunu żelazowo-amonowego $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w zlewce pojemności 100 cm^3 w 20 cm^3 roztworu kwasu solnego 1+1, a następnie po ochłodzeniu przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. 1 cm^3 roztworu zawiera 0,0001 g Fe.

5.4.6.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do ośmiu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć za pomocą mikrobiurety 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 cm^3 wzorcowego roztworu żelaza, rozcieńczyć wodą do objętości około 30 cm^3 , a następnie dodać do każdej z kolb 25 cm^3 mieszaniny roztworów wg 5.4.6.3 e). Objętość kolb pomiarowych uzupełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać i w czasie do 15 min wykonać pomiar fotometryczny przy długości fali 530 nm. Na podstawie wyników pomiarów wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartość żelaza w gramach, a na osi rzędnych odpowiadającą tym stężeniom wartość ekstynkcji.

5.4.6.5. Wykonanie oznaczania. Z roztworu po oddzieleniu krzemionki wg 5.4.4.3 odmierzyć 5 cm^3 do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , co odpowiada 0,05 g odważki, dodać 25 cm^3 mie-

¹⁾ Mieszanina ta jest zdatna do użycia przez 3 tygodnie od momentu przyrządzenia. Przechowywać ją należy w ciemnych butelkach.

szaniny roztworów przygotowanej wg 5.4.6.3 e) i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Po dokładnym wymieszaniu wykonać pomiar fotometryczny przy długości fali 530 nm. Równolegle z próbą badaną wykonać ślepią próbę.

5.4.6.6. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza X w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{b}{m} \cdot 100$$

w którym:

b — ilość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej do oznaczania części roztworu.

5.4.6.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości żelaza:

do 0,25‰ — 0,02‰,

powyżej 0,25‰ — 0,03‰.

5.4.7. Sprawdzenie zawartości jonu chlorkowego

5.4.7.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym, wytrącenie jonów chlorkowych w postaci AgCl za pomocą azotanu srebra i porównanie powstałego zmętnienia z próbą porównawczą.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 25-procentowy.

b) Kwas azotowy (1,4).

c) Azotan srebra, roztwór 1-procentowy.

d) Woda podwójnie destylowana.

e) Roztwór wzorcowy chlorku sodowego. Chlorek sodowy umieszczony w tyglu platynowym prażyć w temperaturze 400°C w ciągu 10 ÷ 15 min. Po ochłodzeniu zważyć 0,1649 g chlorku sodowego i po rozpuszczeniu dopełnić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i dokładnie wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,0001 g Cl. Roztwory użyte w tym oznaczaniu należy sprawdzić na zawartość chlorków.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. 2,5 g próbki umieścić w zlewce pojemności 800 cm³. Do zlewki dodać 30 cm³ wody podwójnie destylowanej i niewielkimi porcjami 50 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu siarkowego. Po rozpuszczeniu próbki roztwór ochłodzić i w przypadku powstałego zmętnienia przesączyć, a następnie przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Pobrać 100 cm³ roztworu do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³ z korkiem doszlifowanym, dodać 4 cm³ kwasu azotowego i 1 cm³ azotanu srebra. Po wymieszaniu roztworu porównać powstałe zmętnienie z próbą porównawczą, w której znajduje się znana objętość roztworu wzorcowego.

5.4.7.4. Sporządzenie próby porównawczej. Cylinder pomiarowy pojemności 100 cm³ z korkiem doszlifowanym napełnić 20 cm³ 25-procentowego roztworu kwasu siarkowego i wodą podwójnie destylowaną do objętości 100 cm³, a następnie dodać 4 cm³ kwasu azotowego i 1 cm³ roztworu azotanu srebra. Do przygotowanej w ten sposób próby dodawać z mikrobiurety roztwór wzorcowy do momentu, gdy zmętnienie próby porównawczej będzie identyczne ze zmętnieniem próby badanej.

5.4.7.5. Obliczanie wyników. Zawartość chlorku X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b \cdot c}{m} \cdot 100$$

w którym:

b — objętość roztworu wzorcowego chlorku sodu,

c — ilość chloru zawarta w 1 cm³ roztworu wzorcowego, g,

m — odważka próbki, g.

5.4.7.6. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 0,002‰.

5.4.8. Sprawdzenie zawartości magnezu

5.4.8.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym z dodatkiem 30-procentowej wody utlenionej. Zamaskowanie żelaza i glinu kwasem winowym. Strącenie jonów magnezowych za pomocą fosforanu dwuamonowego po wyprażeniu zważenie jako Mg₂P₂O₇.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) i roztwór 1+1.

b) Amoniak (0,90) i roztwór 1-procentowy.

c) Kwas winowy krystaliczny.

d) Fosforan dwuamonowy, roztwór 10-procentowy.

e) Błękit bromotymolowy, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5.4.8.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 5 g próbki, umieścić w zlewce pojemności 800 cm³, dodać 50 cm³ wody i mieszając ostrożnie dodawać porcjami 80 cm³ kwasu solnego (1,18) unikając zbyt burzliwej reakcji. Pod koniec należy dodać około 5 cm³ 30-procentowego roztworu nadtlenku wodoru w celu rozpuszczenia czarnego osadu miedzi. Po splukaniu ścianek zlewki wodą roztwór gotować przez 20 min pod szkiełkiem zegarkowym. Po ostudzeniu roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, dopełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Roztwór w kolbie pomiarowej pozostawić do opadnięcia nierozpuszczonych części. Pobrać pipetą 25 cm³ do zlewki pojemności 800 cm³, dodać około 100 cm³ wody oraz około 12 g kwasu winowego. Po rozpuszczeniu kwasu winowego do roztworu należy dodać 60 cm³ 10-procentowego roztworu

fosforanu dwuamonowego oraz kilka kropli wskaźnika (błękitu bromotymolowego), rozcieńczyć wodą do objętości około 500 cm³, a następnie zobojętnić roztwór wodą amoniakalną ciągle mieszając. Po wytrąceniu osadu dodać do roztworu nadmiar około 30 cm³ wody amoniakalnej i pozostawić próbę do następnego dnia. Roztwór z osadem należy sączyć przez średni sączek ilościowy dwukrotnie przemywając osad przez dekantację 1-procentowym roztworem wody amoniakalnej, a kilkakrotnie na sączku. Po przemyciu osad przenieść z powrotem do zlewki w której był strącony, rozpuścić w roztworze kwasu solnego (1+1), dodać 3 g kwasu winowego, rozcieńczyć wodą destylowaną do około 500 cm³, dodać 10 cm³ 10-procentowego roztworu fosforanu dwuamonowego i po zobojętnieniu amoniakiem wobec wskaźnika ciągle mieszając strącić osad fosforanu amonowomagnezowego. Strącony osad pozostawić do następnego dnia, a następnie sączyć przez sączki uprzednio używane. Do przemycia osadu używać 1-procentowego roztworu wody amoniakalnej. Przemyty osad umieścić w uprzednio wyprażonym do stałej wagi tyglu porcelanowym. Po wysuszeniu spalić sączek w możliwie niskiej temperaturze, a następnie podnosząc stopniowo temperaturę prażyć osad w temperaturze 1100°C do uzyskania stałej masy.

5.4.8.4. Obliczanie wyników. Zawartość magnezu X w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{b \cdot 0,2185}{m} \cdot 100$$

w którym:

b — masa osadu pirofosforanu magnezowego, g,

0,2185 — zawartość Mg w 1 g Mg₂P₂O₇, g,

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej do oznaczania części roztworu, g.

5.4.8.5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 0,4%.

5.4.9. Sprawdzenie wilgotności należy przeprowadzać wg PN-71/H-04943.

5.4.10. Sprawdzenie składu ziarnowego należy przeprowadzać wg PN-75/H-04933.

5.4.11. Sprawdzenie gęstości nasypowej należy przeprowadzać wg PN-75/H-04930 metodą A_{2,5}.

5.5. Ocena wyników badań. Jeżeli proszek nie spełnia chociażby jednego z wymagań 3.1, 3.2, 3.3, 3.4 lub 3.6, partię proszku należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy. Jeżeli proszek nie odpowiada wymaganiom w zakresie składu ziarnowego 3.5, partię proszku należy powtórnie przesiać przez odpowiednie sito i ponownie przedstawić do badań.

5.6. Attest. Do każdej partii proszku należy dołączyć atest wg BN-74/0809-01 p. 2.2.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/0885-05

a) ujednoczono dopuszczalną zawartość Fe dla wszystkich odmian do 0,4%,

b) zmieniono górną granicę zawartości frakcji 0,075 mm w odmianie 0,300 z 78 do max 22 zgodnie z wymaganiami odbiorcy tej odmiany,

c) wprowadzono wymagania dotyczące gęstości nasypowej dla odmian 0,150 i 0,300 w celu uzyskania pełniejszej charakterystyki ich stopnia rozdrobnienia,

d) wprowadzono metody analizy chemicznej zgodnie z wymaganiami odbiorców.

3. Normy związane

PN-75/H-04930 Metalurgia proszków. Oznaczanie gęstości nasypowej

PN-75/H-04933 Metalurgia proszków. Analiza sitowa

PN-75/H-04936 Metalurgia proszków. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-71/H-04943 Badanie proszków metali. Oznaczanie wilgotności

BN-74/0809-01 Metale nieżelazne. Zaświadczenie jakości i atest

BN-65/5043-01 Hoboki uniwersalne

BN-70/7326-13 Papiery pakowe parafinowane

4. Autorzy projektu normy — inż. Stanisław Ciapala — Zakłady Metalurgiczne „Trzebinia” — Trzebinia-Siersza; mgr inż. Krystyna Golonkova, mgr inż. Maria Raźniewska — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.