

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA		BN-85
	Metale wysokiej czystości Aluminium		0899-03
			Zamiast BN-76/0899-03

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest aluminium wysokiej czystości w postaci wlewków, prętów, drutów i krążków.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od składu chemicznego rozróżnia się gatunki aluminium:

- Al6N o zawartości Al minimum 99,9999%,
- Al5N5 o zawartości Al minimum 99,9995%,
- Al5N o zawartości Al minimum 99,999%.

2.2. Przykład oznaczenia

a) wlewka z aluminium wysokiej czystości w gatunku Al5N:

WLEWEK Al5N AlN 85/0899-03

b) pręta z aluminium wysokiej czystości w gatunku Al5N5 średnicy 6,5 mm:

PRĘT Al5N5 Ø 6.5 BN-85/0899-03

3. WYMAGANIA

3.1. Powierzchnia wlewków, prętów, drutów i krążków powinna być gładka, błyszcząca, bez pęknięć, załamania, wyszczerbień, plam oraz obcych wtrąceń. Drut nie może mieć przewężeń i załamania.

Na powierzchni krążków powinna być widoczna struktura krystaliczna.

3.2. Wymiary

3.2.1. Wymiary wlewków należy uzgodnić pomiędzy wytwórcą i zamawiającym.

3.2.2. Średnice drutów i ich dopuszczalne odchyłki — wg tabl. 1.

Tablica 1

Gatunek	Średnice drutów mm	Dopuszczalne odchyłki średnic, mm
Al6N	1,0	±0,05
Al5N5	1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0	±0,05
Al5N	0,25 ÷ 0,9 ze stopniowaniem co 50 μm	±0,005
	1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0	±0,05

Dopuszcza się produkcję drutów o innych średnicach po uzgodnieniu pomiędzy wytwórcą a zamawiającym.

3.2.3. Wymiary prętów powinny wynosić średnice — 5,0; 6,0; 6,5; 10 ±0,1 mm, długość — 300 ±1 mm.

Dopuszcza się produkcję prętów o innych wymiarach po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy wytwórcą a zamawiającym.

3.2.4. Wymiary krążków powinny wynosić: średnica 62 -1 mm, grubość 5,0; 20,0; 25,0; 30,0 ±0,5 mm.

3.3. Skład chemiczny — wg tabl. 2.

Tablica 2

Gatunek		Skład chemiczny										
znak	cecha	Al ¹⁾ min %	dopuszczalne zanieczyszczenia ²⁾ ³⁾ ⁴⁾ , ppm									
			Fe	Cu	Mg	Mn	Cd	Pb	ogółem	O ₂	N ₂	H ₂
Al 99,9999	Al6N ⁵⁾	99,9999	0,25	0,25	0,25	0,25	—	—	1	30	20	1
Al 99,9995	Al5N5	99,9995	0,5	0,5	1,0	0,5	1,0	0,5	5	30	20	1
Al 99,999	Al5N	99,999	2,0	1,0	2,0	1,0	1,0	1,0	10	30	20	5

¹⁾ Zawartość czystego aluminium oblicza się przez odjęcie od 100 sumy zanieczyszczeń z wyjątkiem zawartości O₂, N₂, H₂.

²⁾ Dopuszcza się produkcję aluminium wysokiej czystości o innej zawartości zanieczyszczeń przy zachowaniu warunków, że suma ich nie przekroczy dopuszczalnej zawartości.

³⁾ Inne zanieczyszczenia niewykrywalne w warunkach analizy wg 5.4.7.

⁴⁾ W aluminium przeznaczonym do naparowywania zawartość sodu nie powinna przekraczać 1 ppm.

⁵⁾ Aluminium w gatunku Al6N przeznaczone jest tylko do naparowywania.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 30 kwietnia 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1985 poz. 21)

3.4. Własności mechaniczne drutów — wg tabl. 3.

Tablica 3

Średnica mm	Wytrzymałość na rozciąganie R_m		Wydłużenie względne A_{200} %	
	5N	5N5 i 6N	5N	5N5 i 6N
0,25 ÷ 0,75	50 ÷ 100	—	3 ÷ 8	—
0,75 ÷ 5,00	50 ÷ 100	30 ÷ 50	8 ÷ 20	35 ÷ 45

3.5. Cechowanie. Do każdego jednostkowego opakowania wyrobów z aluminium wysokiej czystości należy przymocować przywieszkę zawierającą co najmniej:

- znak wytwórcy,
- oznaczenie wyrobu,
- numer partii,
- masę netto,
- datę produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Każdy wlewki i pręt należy pakować do woreczków polietylenowych. Drut w jednym odcinku należy nawinąć na czystą szpulę winidurową równomiernie i bez poplątań, wielowarstwowo, tak aby warstwa zewnętrzna znajdowała się około 1 mm poniżej brzegu kołnierza szpuli. Koniec nawijania powinien być zaznaczony. Szpulę z drutem należy umieścić w woreczku polietylenowym. Partię szpul umieścić w drugim worku polietylenowym, do którego należy włożyć woreczek z tkaniny wypełniony silikazalem.

Krażki należy pakować do pudełek polietylenowych — minimalna liczba krawców w opakowaniu — 5 sztuk, maksymalna — 10 sztuk.

Opakowane wlewki, pręty, druty i krawców należy umieścić w skrzynkach drewnianych i uszczelnić watą celulozową, w celu zabezpieczenia ich przed mechanicznym uszkodzeniem. Na każdej skrzynce należy umieścić przywieszkę zawierającą dane wg 3.5a) i b). Ponadto na każdym opakowaniu należy nakleić napis **OSTROŻNIE — NIE RZUCAĆ**.

4.2. Przechowywanie. Wlewki, pręty, druty i krawców opakowane wg 4.1 należy przechowywać w suchych i czystych pomieszczeniach wolnych od aktywnych par i gazów. Czas przechowywania nie może przekraczać 3 miesięcy od daty produkcji.

4.3. Transport. Wlewki, pręty, druty i krawców opakowane wg 4.1 należy przewozić w czystych i krytych środkach transportowych z zachowaniem obowiązujących przepisów w transporcie kolejowym lub samochodowym.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie powierzchni (3.1),
- sprawdzenie wymiarów (3.2),
- sprawdzenie składu chemicznego (3.3),
- sprawdzenie własności mechanicznych (3.4).

5.2. Partia. Partię stanowią wlewki, pręty, druty lub krawców jednego gatunku aluminium wysokiej czystości, pochodzące z jednego wytopu, o jednakowych wymiarach.

5.3. Pobieranie próbek

5.3.1. Próbkki do sprawdzenia powierzchni. Sprawdzeniu powierzchni podlegają wszystkie wlewki, pręty, druty i krawców wchodzące w skład partii.

5.3.2. Próbkki do sprawdzenia wymiarów. Sprawdzeniu wymiarów podlegają wszystkie pręty, druty i krawców. Wymiary wlewków gwarantuje dostawca.

5.3.3. Próbkki do sprawdzenia składu chemicznego. Próbkki do sprawdzenia składu chemicznego należy pobierać przez nawiercenie wiertłem z węgla spiekanego trzech wlewków lub krawców w trzech miejscach. Z trzech prętów (końce) i szpul drutów należy pobrać próbkki przez nacięcie nożem wiór i ścinków. Pobrane próbkki należy przemyć dwukrotnie w benzynie i alkoholu etylowym, trawić w kwasie solnym, przepłukać wielokrotnie wodą destylowaną i wysuszyć.

Masa uśrednionych próbek powinna wynosić 30 g. Na torebce z próbką należy umieścić:

- nazwę wyrobu,
- numer partii,
- datę pobrania próbek.

5.3.4. Próbkki do sprawdzenia własności mechanicznych drutów należy pobrać wg PN-77/H-04307, odcinając nożem 3 sztuki z losowo wybranych kręgów z partii.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie powierzchni wlewków, prętów, krawców oraz drutów o średnicy do 1 mm należy przeprowadzić nie uzbrojonym okiem. Sprawdzenie powierzchni drutów o średnicach poniżej 1 mm należy przeprowadzać pod mikroskopem o powiększeniu 25-krotnym.

5.4.2. Sprawdzenie wymiarów

5.4.2.1. Sprawdzenie wymiarów drutów. Wymiary drutów o średnicach 0,25 ÷ 0,9 mm sprawdza się z dokładnością do 0,001 mm mikroskopem, np. MP-3, a drutów o średnicach powyżej 0,9 mm — mikrometrem z dokładnością do 0,01 mm.

5.4.2.2. Sprawdzenie wymiarów prętów. Średnice prętów należy sprawdzać suwmiarką z dokładnością do 0,1 mm, długość — przyziarem liniowym z dokładnością do 1 mm.

5.4.2.3. Sprawdzenie wymiarów krawców przeprowadza się przyrządami o wymaganej dokładności pomiaru.

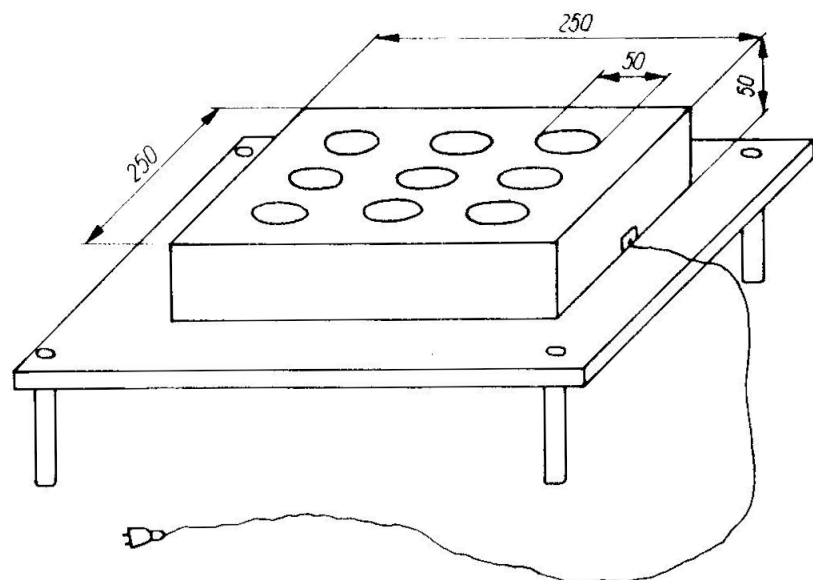
5.4.3. Sprawdzenie zawartości kadmu, żelaza, manganu, magnezu, ołowiu i miedzi w Al5N5 i Al5N

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie aluminium w kwasie azotowym, odparowanie do sucha i przeprowadzenie w tlenek przez prażenie. Wzbudzenie widma wzorców i badanych próbek w łuku prądu stałego oraz rejestracja na płycie fotograficznej. Wykreślenie krzywych analitycznych dla poszczególnych pierwiastków na podstawie pomiarów fotometrycznych zaczernień linii analitycznych w próbkach wzorcowych. Odczytanie z krzywych analitycznych zawartości oznaczanych pierwiastków w badanych próbkach na podstawie pomiarów zaczernień linii wykonanych w warunkach analogicznych do próbek wzorcowych.

5.4.3.2. Aparatura i przyrządy — wg tabl. 4.

Tablica 4

Nazwa	Opis
Piec elektryczny	rurowy z rurą kwarcową
Generator łuku prądu stałego	np. ABR-3
Aparatura spektralna	spektrograf kwarcowy średniej dyspersji np. ISP-28
Zlewki	kwarcowe pojemności 150 cm ³
Promiennik podczerwieni	—
Parownica z tłuzkiem do ucierania próbek	teflonowa
Boks do ucierania próbek	ze szkła organicznego
Boks do naważania	ze szkła organicznego
Boks do nakraplania roztworów	ze szkła organicznego
Piec elektryczny	grafitowy lub teflonowy wg rys. 1 o mocy 800 ÷ 1000 W, zasilany przez autotransformator
Pudełko na elektrody	ze szkła organicznego
Mikrofotometr	np. MF-2
Spektroprojektor	np. SP-2
Waga analityczna	np. WP



BN - 85/0899 - 03 - 1

Rys. 1

5.4.3.3. Odczynniki, roztwory i materiały — wg tabl. 5.

Tablica 5

Nazwa	Opis
Kwas solny	(1,18) sp.cz.
Kwas azotowy	(1,4) sp. cz., roztwór 1+1
Chlorek rtęciowy	roztwór 2%/v
Chlorek potasowy	sp.cz.
Aluminium	sp.cz.
Alkohol etylowy	sp.cz.
Woda	podwójnie destylowana w aparaturze
Wywoływacz dla płyt WU-1	kwarcowej
Roztwór A	4 g metolu, 40 g siarczynu sodowego cz.d.a., 12 g hydrochinonu, 9 g bromku potasowego cz.d.a., rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³ do kreski i wymieszać
Roztwór B	52 g węglanu sodowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³ do kreski i wymieszać; Roztwory A i B wymieszać z wodą w stosunku 1:1:2 przed obróbką płyty fotograficznej
Wywoływacz dla płyt WU-2	
Roztwór A	100 g wodorotlenku potasowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³ do kreski i wymieszać;
Roztwór B	40 g hydrochinonu, 40 g pirosiarczynu potasowego cz.d.a., 8 g bromku potasowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³ do kreski i wymieszać; roztwory A i B wymieszać z wodą w stosunku 1:1:4 przed obróbką płyty fotograficznej
Kąpiel przerywająca	16 cm ³ kwasu octowego lodowatego zmieszać z 800 cm ³ wody
Kąpiel hartująca	nasycony roztwór alunu chromowo-potasowego cz.d.a. (250 g alunu zalać 1 dm ³ wody gorącej)
Utrwalacz	400 g tiosiarczynu sodowego cz.d.a., 26 g pirosiarczynu potasowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³ do kreski i wymieszać
Roztwory wzorcowe o stężeniu 1 mg/cm ³	
Roztwór kadmu	0,11 g tlenku kadmowego sp.cz. lub 0,1 g kadmu sp.cz. rozpuścić w niewielkiej ilości kwasu azotowego (1,4), podgrzewając promieniami podczerwieni, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm ³ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać

cd. tabl. 5

Nazwa	Opis
Roztwór żelaza	0,1 g wiórków żelaza sp.cz. rozpuścić ostrożnie w kwasie azotowym (1,4), przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm ³ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać
Roztwór manganu	0,1 g manganu sp.cz. rozpuścić ostrożnie w roztworze kwasu azotowego (1+4), przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm ³ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać
Roztwór magnezu	0,166 g tlenku magnezowego sp.cz. rozpuścić w kwasie azotowym (1,4) podgrzewając promieniami podczerwieni, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm ³ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać
Roztwór ołowiu	0,1 g ołowiu sp.cz. rozpuścić w roztworze kwasu azotowego (1+1) mocno ogrzewając, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm ³ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać
Roztwór miedzi	0,1 g miedzi sp.cz. rozpuścić ostrożnie w kwasie azotowym (1,4) na zimno, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm ³ , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać
Elektrody	grafitowe: dolne SU-305 o długości 30 mm, średnicy 6 mm i kraterze o wymiarach 4,5×4,5 mm górną SU-202 o długości 30 mm i średnicy 6 mm
Płyty fotograficzne	ORWO: WU-1 Blau Rapid oraz WU-2 Blau Hart

5.4.3.4. Przygotowanie wzorców

a) **Sporządzanie tlenku glinowego** stanowiącego osnowę dla próbki wzorcowej należy wykonać w następujący sposób: aluminium rozpuścić w roztworze kwasu azotowego, dodając kilka kropel roztworu chlorku rtęciowego. Po rozpuszczeniu metalu, roztwór odparować w piecu grafitowym do sucha, a następnie wyprażyć w piecu rurowym przez 2 h w temperaturze 700°C. Otrzymany tlenek glinu utrzeć w moździerzu teflonowym i poddać kilkakrotnie analizie spektralnej.

b) **Przygotowanie wzorca wyjściowego nr I o zawartości 0,01% domieszek.** Do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć po 10 cm³ roztworów wzorcowych Cd, Fe, Mn, Mg, Pb, Cu i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

1 cm³ powyższego roztworu naniesiony na 1,8876 g tlenku glinu daje wzorec o zawartości 100 ppm każdego zanieczyszczenia. Tak sporządzony wzorec wysuszyć pod promiennikiem podczerwieni, wyprażyć w piecu w temperaturze 700°C przez 2 h. Następnie utrzeć w parownicy teflonowej (2 h) i sprawdzić jednorodność, wykonując analizę spektralną (wg warunków jak przy analizie próbki) próbek pobranych z kilku miejsc wzorca w ilości po 30 mg.

c) **Sporządzenie wzorców od nr II do VI.** Wzorce od nr II do VI sporządzić przez kolejne rozcieńczenie czystym tlenkiem glinowym wg tabl. 6.

Tablica 6

Nr wyjściowego wzorca	Masa wyjściowego wzorca g	Masa osnowy g	Zawartość zanieczyszczeń w otrzymanym wzorcu, %	Nr otrzymanego wzorca
I	0,2	5,8000	$3,3 \times 10^{-3}$	II
II	3,0	6,0000	$1,1 \times 10^{-3}$	III
III	3,0	6,0000	$3,7 \times 10^{-4}$	IV
IV	3,0	6,0000	$1,2 \times 10^{-4}$	V
V	3,0	6,0000	$4,0 \times 10^{-5}$	VI

d) **Przygotowanie grafitu z 6% zawartością chlorku potasowego.** Do zlewki polietylenowej odważyć 56,4 g grafitu oraz 3,6 g chlorku potasowego, uprzednio rozrartego w moździerzu korundowym i wyprażonego w 105°C. Do mieszaniny dodać alkoholu etylowego i wymieszać. Suszyć w suszarce w temperaturze około 120°C.

e) **Przygotowanie wzorców z grafitem.** Wzorce przygotowane wg 5.4.3.4c) należy kolejno wymieszać z grafitem wg 5.4.3.4d) w stosunku 2:1 (2 części wzorca + 1 część grafitu).

Tak przygotowane wzorce przechowywać w słoikach polietylenowych.

5.4.3.5. **Przygotowanie aparatury spektralnej.** Aparaturę należy przygotować wg parametrów podanych w tabl. 7.

Tablica 7

Warunki analityczne dla spektrografu ISP-28	
Aparatura i jej parametry	Określenie warunków
Zakres widma	220 ÷ 460 nm
Oświetlenie szczeliny	trójsoczewkowe
Przesłona	5
Szerokość szczeliny	0,010 mm
Wysokość szczeliny	1 mm
Płyty fotograficzne	ORWO WU-2 Blau Hart
Międzyelektrodowa przerwa analityczna	3 mm
Wzbudzenie widma	łuk prądu stałego 9A (dolna anoda)
Czas naświetlania	41 s
Proces fotograficzny	roztwory A i B wywoływacze przygotowane wg tabl. 5 zmieszać z wodą w stosunku 1:1:2, temperatura kąpieli fotograficznej 19 ± 5°C
Mikrofotometr	MF-2
Szerokość szczeliny	0,040 mm
Wysokość szczeliny	10 mm
Skala odczytów wychyleń galwanometru logarytmiczna uwzględniająca funkcję Seidla	W

5.4.3.6. **Wykonanie oznaczania.** Wiórki aluminiowe

trawić w kwasie solnym, opłukać kilkakrotnie wodą destylowaną, następnie alkoholem etylowym i suszyć promiennikiem podczerwieni. Około 0,5 g wysuszonego aluminium przenieść do zlewki pojemności 150 cm³, zadać kilkoma kroplami roztworu chlorku rtęciowego i około 10 cm³ roztworu kwasu azotowego (chlerek rtęciowy dodaje się w celu szybszego rozpuszczenia aluminium; wówczas tworzy się ogniwo, w którym glin stanowi anodę, a rtęć katodę, na której wydziela się wodór).

Po rozpuszczeniu metalu, próbkę umieścić na piecu grafitowym i odparować podwyższając stopniowo temperaturę. Pozostałość po parowaniu prażyć w piecu silitowym przez 2 h w temperaturze 700°C, a następnie rozetrzeć w moździerzu korundowym. Utartą próbkę mieszać z grafitem zawierającym 6% chlorku potasowego w stosunku 2:1. Równolegle, w celu przeprowadzenia ślepej próby, odważyć 0,5 g aluminium i postępować analogicznie jak przy analizie próbki.

Następnie odważyć do uprzednio przepalonych elektrod SU-305 3 razy po 40 mg próbki, wzorców i ślepej próbki. Po przygotowaniu aparatury zgodnie z tabl. 7 założyć płytę fotograficzną do kasety spektrografu. Zamocować w statywie spektrografu elektrody i ustawić za pomocą szablonu lub systemu projekcyjnego międzyelektrodową przerwę analityczną na 3 mm. Po ustawieniu elektrod na osi optycznej spektrografu wzbudzać próbkę do świecenia, załączając przez wyłącznik zegarowy generator łuku na 41 s.

Na płytę fotograficzną naświetlić kolejno trzykrotnie widmo każdego wzorca, ślepej próbki oraz analizowanej próbki. Po wykonaniu spektrogramów poddać płytę procesowi obróbki fotograficznej, przy czym temperatura kąpeli fotograficznej wynosząca 19° powinna być stała w granicach ±0,5°C. Zanurzona do wywoływacza płyta powinna być jednocześnie pokryta roztworem na całej powierzchni. Dla równomiernego mieszanina roztworu wywoływacza należy kuwetę jednostajnie kołysać. Czas wywoływania powinien wynosić 45 s, płukania w przerywaczu — 30 s, hartowania — 30 s i utrwalania — 10 min. Następnie płytę należy dokładnie wypłukać w bieżącej wodzie i wysuszyć. Podczas suszenia płyty, należy zwracać uwagę, aby powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu.

Następnie fotometrować za pomocą mikrofotometru zaczernienia linii spektralnych podanych w tabl. 8.

Pomiar zaczernienia linii należy rozpocząć po upływie 15 min od chwili zapalenia się żarówki mikrofotometru.

Tablica 8

Pierwiastek oznaczany	Długość linii nm
Cd	228,80
Fe	248,80
Mn	279,48
Mg	279,55
Pb	283,31
Cu	327,40

5.4.3.7. Obliczanie wyników. Do każdego zarejestrowanego widma obliczyć wg wzoru różnicę zaczernień

linii (ΔW) oznaczonych pierwiastków oraz tła w sąsiedztwie linii analitycznej.

$$\Delta W = W_a - W_t \quad (1)$$

w którym:

W_a — zaczernienie linii analitycznej pierwiastka oznaczonego,

W_t — zaczernienie tła.

Następnie należy sporządzić wykres na papierze jednostronnie logarytmicznym w układzie współrzędnych $\Delta W - \log c$, odkładając na osi odciętych logarytm zawartości pierwiastka w poszczególnych wzorcach, w ppm, a na osi rzędnych obliczone wartości ΔW dla każdego wzorca i wykreślić krzywe analityczne. Z krzywych analitycznych odczytać na osi odciętych zawartość oznaczanych pierwiastków, w ppm, w badanej próbce.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech pojedynczych oznaczeń.

5.4.3.8. Dopuszczalne różnice pomiędzy wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 20%.

5.4.3.9. Precyzja metody — wg tabl. 9.

Tablica 9

Pierwiastek	Zawartość średnia $\times 10^{-5}$ %	Odchylenie standardowe S	Względne odchylenie standardowe V	Liczba oznaczeń
Cd	5,4	1,55	28,7	10
Mn	6,4	1,55	24,2	10
Fe	5,9	1,48	25,0	10
Cu	4,8	0,48	10,0	10
Mg	5,7	2,40	42,1	10
Pb	5,4	1,70	31,5	10

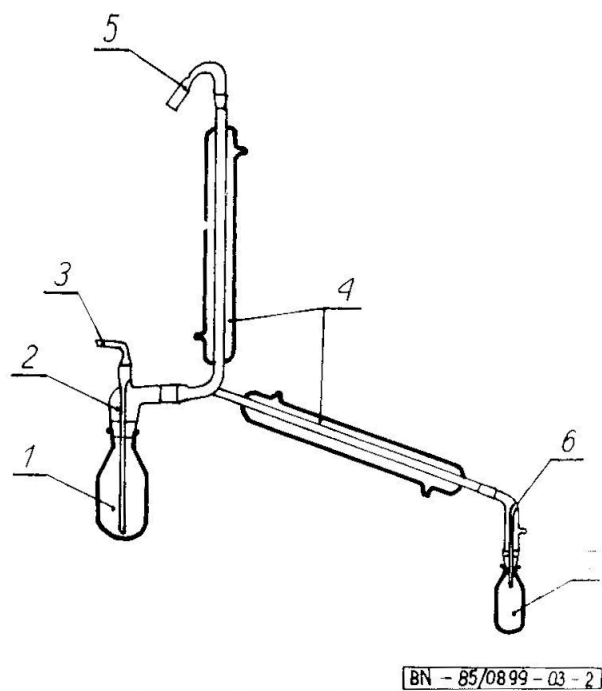
5.4.4. Sprawdzenie zawartości żelaza, miedzi, magnezu, manganu i sodu w Al6N przeprowadza się metodami uzgodnionymi pomiędzy wytwórcą a odbiorcą.

5.4.5. Oznaczanie zawartości sodu w Al5N5 i Al5N

5.4.5.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie aluminium w bromku etylu, oddestylowanie powstałego bromku etyloglinowego, rozpuszczenie suchej pozostałości w wodzie i pomiar absorpcji atomowej przy długości fali 589 nm.

5.4.5.2. Aparatura i przyrządy

- Aparatura kwarcowa — wg rys. 2.
- Pipeta kwarcowa.
- Piec kwarcowy z obudową azbestową.
- Pompa próżniowa.
- Śloiki polietylenowe do przechowywania wzorców.
- Spektrofotometr do absorpcji atomowej ATOMSPEK.
- Lampa katodowa sodowa.
- Butla z azotem.
- Butla z powietrzem.
- Butla z acetylenem.



Rys. 2

5.4.5.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) sp.cz., roztwory 1M i 1+2.

b) Bromek etylu cz.d.a. destylowany w aparaturze kwarcowej.

c) Brom cz.d.a. (destylowany w aparaturze kwarcowej).

d) Mieszanina chłodząca: stały dwutlenek węgla z acetonem i alkoholem etylowym.

e) Roztwory wzorcowe

Roztwór podstawowy o stężeniu sodu 0,1 mg/cm³: 254,2 mg chlorku sodowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie dejonizowanej i uzupełnić wodą w kolbie kwarcowej pojemności 1 dm³.

Pozostałe wzorcowe roztwory sporządzić wg tabl. 10.

Tablica 10

Stężenie roztworu wyjściowego mg/cm ³	Objętość roztworu wyjściowego cm ³	Pojemność kolby cm ³	Stężenie roztworu wzorcowego mg/cm ³
0,1	10	100	0,01
0,1	3	100	0,003
0,1	2	100	0,002
0,1	1	100	0,001
0,01	8	100	0,0008
0,01	6	100	0,0006
0,01	4	100	0,0004
0,01	2	100	0,0002
0,001	10	100	0,0001

Wykonać pomiar absorpcji atomowej roztworów wzorcowych i wykreślić krzywą analityczną. Sporządzenie roboczych roztworów wzorcowych i wykreślenie krzywej przeprowadzić przed każdym pomiarem absorpcji analizowanych próbek. Krzywą analityczną wykreślić na papierze milimetrowym w układzie współrzędnych absorpcja — stężenie.

5.4.5.4. Wykonanie oznaczania. Przed przystąpieniem do wykonania analizy należy wmyć aparaturę roztworem kwasu solnego (1+2), wypłukać wodą dejonizowa-

ną i suszyć w suszarce w 140°C przez 30 min. Następnie zestawić aparaturę, umieszczając chłodnicę w położeniu pionowym. Wylot chłodnicy zamknąć. Odważyć 1 g aluminium z dokładnością do 0,0002 g i wsypać do kolby reakcyjnej. Przez górny wlot rurki kapilarnej doprowadzić azot po uprzednim przepuszczeniu go przez węzownicę zanurzoną w mieszaninie stałego dwutlenku węgla z acetonem i alkoholem etylowym. Aparaturę płukać azotem przez 15 min. Wlać do kolby 6 kropli bromu i odczekać 15 min, następnie dodać 30 cm³ bromku etylu. Odciać dopływ azotu do aparatury a na wylot chłodnicy założyć balonik gumowy wypełniony azotem. Włączyć wodę do chłodnicy zwrotnej. Kolbę ogrzewać do spokojnego wrzenia rozpuszczalnika, a następnie pozostawić całość na noc w temperaturze pokojowej. Jeżeli do następnego dnia nie rozpuszczą się kawałki aluminium, ogrzewać jak poprzednio do całkowitego rozpuszczenia. Następnie zmienić położenie chłodnicy wg rys. 2. Zdjąć balonik z azotem, a na jego miejsce założyć nasadkę destylacyjną z odbieralnikiem. Kolbę ogrzać powoli w piecu kwarcowym do wrzenia cieczy i oddestylować nadmiar rozpuszczalnika. Opróżnić odbieralnik, a boczny wylot nasadki destylacyjnej połączyć z pompą próżniową i wyrównać ciśnienie w aparaturze, wprowadzając azot przez kapilarę. Do ochłodzonej kolby dodać 6 cm³ wody dejonizowanej w celu rozpuszczenia pozostałości. Roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 10 cm³ i uzupełnić do kreski wodą. Równoległe z próbkami badanymi wykonywać ślepe próby, dodając wszystkie odczynniki stosowane przy wykonywaniu oznaczania.

Należy zachować ostrożność. Bromek etyloglinowy w zetknięciu z powietrzem lub wilgocią rozkłada się gwałtownie z wydzieleniem dużej ilości ciepła.

Wykonać pomiar absorpcji atomowej sodu w następujących warunkach: po włączeniu aparatu wg instrukcji nastawić go na charakterystyczne dla sodu parametry:

- prąd lampy katodowej wnekowej 5 mA,
- szerokość szczeliny 30 μm,
- długość fali 589 nm,
- wskazania rotometru dla przepływu acetyleny — 3,
- wskazania rotometru dla przepływu powietrza — 13,5 i 5,5.

Dopuszcza się wykonanie pomiaru metodą emisyjnej spektrometrii. Rozpylić kolejno wzorcowe roztwory, zaczynając od najniższych stężeń, później roztwór ślepej próby i próbki badanej. Pomiar należy wykonać dwukrotnie. Po każdym pomiarze aparat przepłukać rozpylając wodę dejonizowaną.

5.4.5.5. Obliczanie wyników. Zawartość sodu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{c - c_1}{m} \cdot V \cdot 100$$

w którym:

- c — stężenie sodu w roztworze analizowanej próbki, g/cm³,
- c_1 — stężenie sodu w roztworze ślepej próby, g/cm³,

V — objętość roztworu próbki, cm^3 ,

m — odważka próbki, g.

Przeliczyć procenty na ppm ($1 \cdot 10^{-4} \% = 1 \text{ ppm}$).

5.4.5.6. Dopuszczalne różnice pomiędzy wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 50%.

5.4.6. Sprawdzenie zawartości tlenu, azotu i wodoru należy wykonać na aparatach, np. firmy Leco typu RO-16 dla tlenu, RH-1 dla wodoru i TN-14 dla azotu.

5.4.7. Pozostałe zanieczyszczenia. Zanieczyszczenia nie ujęte w tabl. I nie powinny być wykrywalne metodą bezpośredniej analizy spektralnej przy zastosowaniu następujących warunków:

- wielkość próbki 40 mg,
- elektrody: dolna — anoda, np. SU-305, górna — katoda np. SU-202,
- odległość między elektrodami — 3 mm,

— łuk prądu stałego — $U = 220 \text{ V}$, $I = 7 \text{ A}$,

— spektrograf, np. ISP-28,

— oświetlenie szczeliny — trójsoczewkowe,

— czas naświetlania — 40 s,

— szerokość szczeliny spektrografu — 0,010 mm,

— klisze — Blau-Rapid, WU-1 firmy ORWO,

— obróbka fotograficzna wg 5.4.3.6.

5.4.8. Sprawdzenie własności mechanicznych drutów należy wykonać na zrywarce wg PN-72/H-04316.

5.5. Ocena wyników badań. Wlewki, pręty, druty i krążki nie odpowiadające wymaganiom wg 3.1 i 3.2 należy odrzucić. W przypadku niezgodności wyrobów z wymaganiami wg 3.3 i 3.4 partię należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

5.6. Attest. Do każdej partii wlewków, prętów, drutów i krążków 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
— Centralny Branżowy Ośrodek Normalizacji, Katowice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/0899-03

- a) poszerzono asortyment o krążki z A15N i A15N5,
- b) zmieniono częściowo metody badań.

3. Normy związane

PN-77/H-04307 Metale nieżelazne. Pobieranie i przygotowanie próbek do próby rozciągania

PN-72/H-04316 Próba statyczna rozciągania drutów

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

4. Autor projektu normy — mgr inż. Ewa Komorowska, Zakład Doświadczalny przy Zakładach Metalurgicznych w Skawinie.

Errata

Na str. I w lewym górnym rogu powinno być:
UKD 669.71

W tabl. I w kolumnie Gatunek zamiast: A6N oraz A115N, powinno być: A16N oraz A15N