

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-70 0871-03
	Srebro Ag-EP 6N	
	Wlewki	Grupa katalogowa ¹⁾ III 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest srebro w postaci wlewków, otrzymywane metodą rafinacji elektrolitycznej i topienia w piecu próżniowym, stosowane w przemyśle elektronicznym do celów elektroniki półprzewodnikowej i dla innych przemysłów na wzorce, pasty itd. W zakresie składu chemicznego norma dotyczy srebra o czystości 99,9999‰.

1.2. Przykład oznaczenia srebra o zawartości 99,9999‰:

SREBRO Ag-EP 6N BN-70/0871-03

2. WYMAGANIA

2.1. Powierzchnia wlewków powinna być gładka, czysta i wolna od wtrąceń ciał obcych, bez plam i nalotów.

2.2. Wymiary i masa wlewków. Wlewki wykonuje się o wymiarach około 10 × 10 × 200 mm, masa ich powinna wynosić około 0,2 kg. Po uzgodnieniu między wytwórcą a zamawiającym dopuszcza się wlewki o innych wymiarach i masie około 0,5 kg.

2.3. Skład chemiczny wlewków srebra w gatunku Ag-EP 6N podano w tabl. 1.

2.4. Cechowanie. Na każdym wlewkowi powinny być podane:

- znak wytwórcy,
- cecha materiału,
- numer wytopu.

Cecha powinna być czytelna.

3. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

3.1. Pakowanie. Wlewki należy umieścić w szklanych ampulach, które zatapia się pod próżnią. Ampuły należy umieścić w pudełkach tekturowych wyściełanych watą. Na pudełkach należy umieścić trwały napis ze znakiem wytwórcy, cechą materiału, masą partii oraz nalepkę „ostrożnie — szkło”.

3.2. Przechowywanie. Wlewki należy przechowywać w dostarczonym opakowaniu.

4. BADANIA

4.1. Rodzaje badań. Wlewki należy poddać następującym badaniom:

- sprawdzenie powierzchni,
- sprawdzenie wymiarów i masy,
- sprawdzenie składu chemicznego.

4.2. Partia. Partię stanowią wlewki pochodzące z jednego wytopu przetopione w piecu próżniowym. Masa partii nie powinna przekraczać 20 kg.

Tablica 1

Gatunek srebra		Skład chemiczny											
		Składnik podstawowy %	Dopuszczalne maksymalne zanieczyszczenia w ppm										
Znak	Cecha	Ag min	Au	Fe	Cu	Bi	Pb	Pt	Pd	Cd	Al	Sb	ogółem
Ag 99,9999	Ag EP-6N	99,9999	0,1	0,5	0,3	0,1	0,2	0,3	0,3	0,1	0,2	0,2	1

ppm — parts per million — części na milion.

¹⁾ Symbol wg SWW: 0531-41.

Przemysłowy Instytut Elektroniki
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Elektronicznego i Teletechnicznego „Unitra” dnia 7 listopada 1970 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1971 r.
(Mon. Pol. nr 14/1971 poz. 107)

4.3. Pobieranie próbek

4.3.1. Próbkki do sprawdzenia powierzchni, wymiarów i masy. Sprawdzeniu powierzchni, wymiarów i masy podlegają wszystkie wlewki wchodzące w skład partii.

4.3.2. Próbkki do sprawdzenia składu chemicznego metodą analizy ilościowej należy pobrać przez ich wycięcie nożem tytanowym lub tantalowym z trzech miejsc wlewka. Próbkki z początku, środka i końca każdego analizowanego wlewka należy uśrednić i poddać analizie. Narzędzia używane do pobierania prób powinny być uprzednio dobrze wymyte, odtłuszczone i przeznaczone wyłącznie do tego celu.

W tabl. 2 podano liczbę wlewków z każdej partii podlegających analizie chemicznej.

Tablica 2

Liczba wlewków w partii sztuk	Liczba wlewków analizowanych sztuk
1÷2	1
3÷5	2
6÷10	3
powyżej 10	5

4.4. Opis badań

4.4.1. Sprawdzenie powierzchni należy wykonać nieuzbrojonym okiem.

4.4.2. Sprawdzenie masy i wymiarów. Sprawdzenie masy wlewka należy wykonać przy użyciu wagi laboratoryjnej, ważąc z dokładnością do 1 g. Sprawdzenie wymiarów można pominąć lub wykonać metodą dowolną.

4.4.3. Sprawdzenie składu chemicznego

4.4.3.1. Metoda oznaczania. Sprawdzenie składu chemicznego należy przeprowadzić metodą spektrochemiczną. Oznaczaniu podlegają zanieczyszczenia podane w tabl. 1. Metoda oznaczania polega na rozpuszczeniu próbki w kwasie azotowym, oddzieleniu srebra w postaci osadu AgCl, analizie spektrograficznej zanieczyszczeń osadzonych na kolektorze grafitowym, wzbudzeniu widm wzorców i próbek, rejestracji na płycie fotograficznej, wykreśleniu krzywych analitycznych dla wszystkich pierwiastków w oparciu o pomiary fotometryczne zaczernień linii w próbkach wzorcowych i następnie odczytaniu z krzywych analitycznych zawartości oznaczonych pierwiastków w badanych próbkach.

4.4.3.2. Aparatura i przyrządy

- Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji.
- Trójstopniowy osłabiacz platynowy o przepuszczalności 10, 50 i 100%.
- Generator łuku prądu zmiennego.

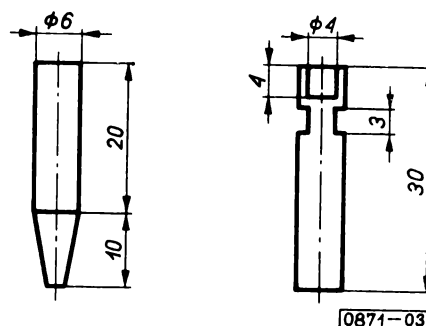
d) Mikrofotometr nierejestrujący.

e) Komora z wyciągiem hermetyzująca proces analizy.

f) Urządzenie grzewcze bez odkrytych części metalowych (w celu uniknięcia zanieczyszczenia próbek).

4.4.3.3. Materiały pomocnicze i odczynniki

a) Elektrody z węgla spektralnie czystego o średnicy 6 mm i kształcie jak na rysunku.



b) Płyty fotograficzne twarde.

c) Mieszanina podstawowa: proszek węglowy spektralnie czysty zawierający 0,05% AgCl i 4% NaCl.

d) Kwas solny spektralnie czysty, roztwór 1:1.

e) Kwas azotowy (1,4) spektralnie czysty i roztwór 1:6.

f) Woda o oporności właściwej minimum 0,8 MΩ/cm.

g) Alkohol etylowy spektralnie czysty.

h) wywoływacz:

roztwór I — 10 g metolu, 100 g siarczynu sodu bezwodnego, 30 g hydrochinonu, 22,5 g bromku potasu rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 1 l;

roztwór II — 130 g węglanu sodu bezwodnego rozpuścić w wodzie i dopełnić do objętości 1 l.

i) Utrwalacz kwaśny,

j) Wzorce:

do 3 g mieszaniny podstawowej dodać po 3 ml roztworów wzorcowych (zawierających w 1 ml 0,1 mg) Au, Fe, Pb, Cu, Pd, Pt, Bi, Sb, Cd, Al, dokładnie wymieszać, odparować do sucha i utrzeć w moździerzu agatowym, dodając 5 ml alkoholu etylowego. Po utarciu alkohol odparować promiennikiem podczerwieni, a wzorec umieścić w naczyniu z tworzywa sztucznego. Mieszanina ta stanowi wzorec podstawowy (1) o zawartości 0,01% każdego z oznaczanych pierwiastków.

Serię wzorców obejmujących zakres 0,005–0,0001% przygotować przez kolejne rozcieńczenie wzorca podstawowego mieszaniną podstawową. Tak uzyskane wzorce mieszać w moździerzu agatowym z dodatkiem 3 ml alkoholu etylowego, odparować podpromiennikiem i przechować w naczyniach z tworzywa sztucznego. Serię wzorców przygotować wg tabl. 3.

Tablica 3

Nr mieszaniny wyjściowej	Ilość mieszaniny wyjściowej mg	Ilość mieszaniny podstawowej mg	Stężenie pierwiastków mieszaniny końcowej %	Nr wzorca
1	1000	1000	0,005	2
2	700	700	0,0025	3
3	200	1800	0,00025	4
2	200	1800	0,0005	5
1	200	1800	0,001	6
6	200	1800	0,0001	7

4.4.3.4. Wykonanie oznaczania. 1 g srebra w postaci wiórków umieścić w zlewce kwarcowej pojemności 100 ml i rozpuścić w 4 ml kwasu azotowego (1,4), ogrzewając lekko na urządzeniu grzewczym. Po rozpuszczeniu roztwór ogrzewać około 5 min w celu odpędzenia tlenków azotu, a następnie rozcieńczyć 10 ml wody. W celu strącenia chlorku srebra do gorącego roztworu dodać kroplami 2 ml kwasu solnego (1:1), zawartość zlewki dobrze wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na kilka godzin. Po odstaniu się płyn znad osadu zdekantować lub przesączyć do tygla kwarcowego, osad przemyć 10 razy porcjami po 2 ml gorącego roztworu kwasu azotowego (1:6), 3 razy gorącą wodą i dołączyć roztwory z przemywania do zdekantowanego płynu. Osad odrzucić. Roztwór odparować do objętości około 2 ml, dodać 30 mg mieszaniny podstawowej (4.4.3.3.c) i odparować do sucha. Mieszaniną tą napełnić kratery elektrod węglowych opisanych w 4.4.3.3.a). Równolegle z analizą badanej próbki należy przeprowadzić ślepą próbę ze wszystkimi odczynnikami stosowanymi w analizie.

4.4.3.5. Wzbudzenie i rejestracja widm. Szerokość szczeliny spektrografu ustawić na 15 μm . Elektrody umieścić w uchwycie spektrografu w odległości 2 mm. Wzbudzenie widm przeprowadzać generatorem łuku prądu zmiennego o natężeniu prądu 10 A. Widmo rejestrować na płycie fotograficznej przez osłabiacz trójstopniowy w ciągu 40 s bez przedpalenia. Na tej samej płycie wykonać trzykrotnie widma każdej próbki oraz co najmniej dwukrotnie wzorców.

4.4.3.6. Obróbka fotograficzna płyt. Roztwory I i II wywoływacza zmieszać przed użyciem w stosunku 1:1. Czas wywoływania przy temperaturze 20°C powinien wynosić 3 min. Po przemyciu wodą płytę utrwalić, a następnie starannie wypłukać w bieżącej wodzie w ciągu około 30 min.

4.4.3.7. Fotometrowanie. Szerokość szczeliny mikrofotometru ustawić na 0,25 mm, a wysokość na 16 mm. Pomiarów zaczernienia linii dokony-

wać na skali logarytmicznej. W przypadku stosowania mikrofotometru firmy Zeiss pomiary przeprowadzić na skali logarytmicznej W.

Fotometrować następujące linie analityczne:

Au 267,55 nm na stopniu osłabiacza 100%,
Fe 259,95 nm na stopniu osłabiacza 100%,
Cu 324,75 nm na stopniu osłabiacza 10%,
Pd 324,12 nm na stopniu osłabiacza 10%,
Al 309,22 nm na stopniu osłabiacza 10%,
Bi 306,77 nm na stopniu osłabiacza 50%,
Pt 265,94 nm na stopniu osłabiacza 100%,
Pb 283,30 nm na stopniu osłabiacza 100% lub 50%,

Zn 334,50 nm na stopniu osłabiacza 10%,

Cd 228,80 nm na stopniu osłabiacza 100%.

Przygotować krzywą analityczną dla każdego pierwiastka. Na osi odciętych odkładać wartość logarytmu stężenia badanego pierwiastka, a na osi rzędnych zaczernienie linii. Wykresy analityczne sporządzone dla wzorców stanowią podstawę do odczytywania stężenia pierwiastków w próbkach badanych.

4.4.3.8. Obliczanie wyników. Obliczenia zawartości zanieczyszczeń w próbce badanej dokonać po wykreśleniu krzywych analitycznych dla wzorców wyrażających zależność zaczernienia linii od stężenia badanego pierwiastka (X).

Wyniki obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{b(c-d)}{a}$$

w którym:

- b — masa suchej pozostałości, g,
- c — stężenie pierwiastka w suchej pozostałości, ‰,
- d — stężenie pierwiastka w ślepej próbie, ‰,
- a — odważka, g.

4.4.3.9. Dokładność oznaczania. Przy oznaczaniu stężenia poszczególnych pierwiastków wyniki nie powinny się różnić między sobą więcej niż $\pm 30\%$.

4.4.3.10. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech równoległych oznaczeń zgodnych z 4.4.3.9.

4.5. Ocena wyników badań

4.5.1. Ocena sprawdzenia powierzchni wlewka. Jeżeli powierzchnia wlewka nie odpowiada wymaganiom 2.1, wlewki należy uznać za niezgodny z normą.

4.5.2. Ocena sprawdzenia składu chemicznego. W przypadku gdy wyniki analizy któregośkolwiek wlewka nie są zgodne z 2.3, partię należy uznać za niezgodną z normą.

4.6. Zaświadczenie jakości (atest). Do każdej partii powinien być dołączony atest (świadczenie

jakości) zawierający wyniki badań i stwierdzający zgodność z wymaganiami normy oraz:

- | | |
|-----------------------------|---------------------------------|
| a) nazwę lub znak wytwórcy, | c) numer partii, |
| b) cechę materiału, | d) masę partii i ilość wlewków, |
| | e) numer normy, |
| | f) datę produkcji. |

K O N I E C