

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87/0682-02
	Analiza chemiczna surowców i węglików spiekanych. Oznaczanie zawartości cynku metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej	Zawiaść: BN-76/0682-02
		Grupa katalogowa 0359

### 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości cynku metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej w kobaltcie, tlenku kobaltu, niklu oraz mieszanek węglików metali wysokotopliwych z metalem wiążącym.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości cynku w zakresie 0,0002 + 0,025 %.

### 2. WYTYCZNE OGÓLNE

Podczas przygotowania próbek analitycznych i przeprowadzania analizy należy stosować ogólne wytyczne wg PN-86/H-04240/00 i PN-80/H-04042.

### 3. METODA OZNACZANIA

3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasach i pomiar absorpcji roztworu przy długości fali 213,86 nm w płomieniu acetylen-powietrze.

#### 3.2. Odczynniki i roztwory.

- a/ Kwas azotowy /1,4/ roztwór 1+1,
- b/ Mieszanina kwasów do rozpuszczania:  
600 cm<sup>3</sup> wody, 200 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego /1,12/  
200 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego /1,4/, wymieszać.
- c/ Fluorek amonowy, roztwór 10 % m/v.
- d/ Chlorek cezowy, roztwór 1 % m/v.
- e/ Kobalt i mieszanka węglików nie zawierające cynku.
- f/ Roztwory wzorcowe cynku:

Roztwór A. 0,100 g cynku metalicznego o zawartości minimum 99,95 % Zn umieścić w zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego (1 + 1), przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera 0,1 mg cynku

Roztwór B. 50 cm<sup>3</sup> roztworu A odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać:

1 cm<sup>3</sup> roztworu B zawiera 0,02 mg cynku

Roztwór C. 50 cm<sup>3</sup> roztworu B odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać:

1 cm<sup>3</sup> roztworu C zawiera 0,002 mg cynku

Huta Baildon

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza

Zarządzeniem nr 4/87 z dnia 1987.02.28 jako norma obowiązująca od dnia 1988.01.01

/Dz. Norm. i Miar nr            poz.            /

### 3.3. Aparatura

- a/ Spektrometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem acetylen-powietrze.
- b/ Lampa z katodą węgłową dla cynku.
- c/ Butla ze sprężonym acetylenem.
- d/ Kompresor powietrzny lub inne źródło dostawy powietrza.
- e/ Zlewki teflonowe pojemności 150 cm<sup>3</sup> z przykrywką.
- f/ Kolby pomiarowe polipropylenowe pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

### 3.4. Wykonanie oznaczenia.

#### 3.4.1. Przygotowanie krzywych wzorcowych.

a/ Dla zawartości cynku 0,0002 ± 0,005 %. W przypadku analizy surowców kobaltowych, do 7 zlewek pojemności 150 cm<sup>3</sup> odważyć po 1,000 g kobaltu i dodać po 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu i ochłodzeniu roztworu odmierzyć kolejno: 0,0; 1,0; 5,0; 10,0; 15,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego C i 2,0; 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego B.

Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

W przypadku analizy mieszanek węglików do 7 zlewek teflonowych pojemności 150 cm<sup>3</sup> odważyć po 1,000 g mieszanki węglików, dodać po 20 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na łaźni wodnej lub płycie nagrzanej do temperatury 100°C. Po rozpuszczeniu, roztwór ochłodzić i odmierzyć kolejno uprzednio podane objętości roztworów wzorcowych. Do każdej zlewki dodać następnie po 10 cm<sup>3</sup> roztworu fluorku amonowego, 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku cezowego i przenieść roztwory do kolb pomiarowych polipropylenowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

W obu przypadkach postępować dalej wg punktu 3.4.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe.

b/ Dla zawartości cynku powyżej 0,005 ± 0,025 %. W przypadku analizy surowców kobaltowych, do 8 zlewek pojemności 150 cm<sup>3</sup> odważyć po 1,000 g kobaltu i dodać po 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu i ochłodzeniu roztworu odmierzyć kolejno 0,0; 2,5; 3,5; 4,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego B.

Roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

W przypadku analizy mieszanek węglików, do 8 zlewek teflonowych pojemności 150 cm<sup>3</sup> naważyć po 1,000 g mieszanki węglików i dodać po 20 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na łaźni wodnej lub płycie ogrzanej do temperatury 100°C. Po rozpuszczeniu i ochłodzeniu roztworu dodać kolejno uprzednio podane objętości roztworów wzorcowych. Do każdej zlewki dodać następnie po 10 cm<sup>3</sup> roztworu fluorku amonowego, 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku cezowego i przenieść roztwory do kolb pomiarowych polipropylenowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. W obu przypadkach postępować dalej wg punktu 3.4.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe.

3.4.2. Przebieg analizy. Odważyć 1,000 g próbki w przypadku surowców kobaltowych do zlewki pojemności 150 cm<sup>3</sup>, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu próbki roztwór ochłodzić i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Odważyć 1 g próbki w przypadku analizy mieszanek węglików do zlewki teflonowej pojemności 150 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów do rozpuszczania. Zlewkę przykryć przykrywką i umieścić na łaźni wodnej lub płycie nagrzanej do temperatury 100°C. Po całkowitym rozpuszczeniu próbki roztwór ochłodzić, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu fluorku amonowego, 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku cezowego i przenieść do kolby pomiarowej polipropylenowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Równocześnie z analizą próbek badanych w obu przypadkach wykonać ślepe próby. Pomiar absorpcji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 213,86 nm, przy ustalonych optymalnych warunkach dotyczących szerokości szczeliny, wysokości palnika oraz przepływu acetyleny i powietrza.

**3.5. Obliczanie wyników.** Zawartość cynku /X/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{m \cdot 10^4} , \text{ w którym:}$$

- c - stężenie cynku w roztworze analizowanej próbki odczytane z wykresu wzorcowego, mg/cm<sup>3</sup>,  
 c<sub>1</sub> - stężenie cynku 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 oznaczenia, g.

**3.6. Różnice między wynikami** równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości cynku:

- od 0,0002 do 0,001 - 0,0001 %  
 powyżej 0,001 do 0,005 - 0,0005 %  
 powyżej 0,005 do 0,010 - 0,001 %  
 powyżej 0,010 do 0,025 - 0,003 %

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-87/0682-02

**1. Instytucja opracowująca normę** - Huta Baildon, Katowice

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/0682-02:**

- a/ poszerzono normę o oznaczanie cynku w mieszankach węglików  
 b/ zmieniono wzór dotyczący obliczenia wyników wg ISO 7627/3

**3. Normy związane:**

- PN-78/H-04240/00 Analiza chemiczna węglików. Wytyczne ogólne.  
 PN-80/H-04042 Analiza chemiczna surowców i wyrobów hutniczych. Zasady stosowania atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

**4. Autorzy projektu normy:**

mgr inż. Zofia Kościelniak, inż. Danuta Lorkiewicz, inż. Barbara Michałowska - Huta Baildon

**5. Instytucja rozprowadzająca normę:**

Instytut Metalurgii Żelaza, ul. K.Miarki 12/14, 44-100 Gliwice