

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-87/0682-08
	Analiza chemiczna surowców i węglików spiekanych	Zamiast BN-78/0682-08
	Oznaczanie zawartości niklu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej	Grupa katalogowa 0359

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczenie zawartości niklu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej, w surowcach, mieszankach węglików metali wysokotopliwych z metalem wiążącym i wyrobach finalnych z węglików spiekanych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości niklu od 0,003 do 0,50 %.

2. WYTYCZNE OGÓLNE

Podczas przygotowywania próbek analitycznych i przeprowadzania analizy należy stosować ogólne wytyczne wg PN-86/H-04240/00 i PN-84/H-04042.

3. METODA OZNACZANIA

3.1. Zasada oznaczenia. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów i pomiar absorpcji roztworu przy długości fali 232,00 nm w płomieniu acetylen-powietrze.

3.2. Odczynniki i roztwory

- a/ 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.  
b/ Fluorek amonowy - roztwór 10 % (m/v).  
c/ Chlorek cezowy - roztwór 1 % (m/v).  
d/ Węglik wolframu nie zawierający niklu.  
e/ Roztwory wzorcowe niklu:

Roztwór A: 1,000 g niklu o zawartości minimum 99,95 % w postaci wiórów lub proszku, umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego /1+1/ na gorąco, ostudzić i przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera 1 mg niklu

Roztwór B: Odmierzyć 100 cm<sup>3</sup> roztworu A i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

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

Roztwór C: Odmierzyć 100 cm<sup>3</sup> roztworu B i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm<sup>3</sup> roztworu C zawiera 0,01 mg niklu

Huta Baildon

Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem nr 8/87  
z dnia 1987.05.14 jako norma obowiązująca od dnia 1988 04.01

/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, niklową.
- c/ Butla ze sprężonym acetylenem
- d/ Kompresor powietrza lub inne źródło dostawy powietrza.
- e/ Zlewki teflonowe z przykrywkami, pojemności 150 cm<sup>3</sup>.
- f/ Kolba pomiarowa polipropylenowa /lub z innego tworzywa odpornego na działanie kwasu fluorowodorowego/.

### 3.4. Wykonanie oznaczenia

#### 3.4.1 Przygotowanie krzywych wzorcowych

##### a/ dla zawartości niklu od 0,003 do 0,05 %

Do 8 zlewek teflonowych odważyć po 1,00 g węgla wolframu lub węgla spiekanego zawierającego poniżej 0,003 % niklu, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 100°C lub łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia. Roztwór ochłodzić i odmierzyć kolejno do 5 zlewek: 0,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego C, a do 3 zlewek: 3,0; 5,0; 6,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego B. Do każdej zlewki dodać następnie 10 cm<sup>3</sup> roztworu fluorku amonowego, 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku cezowego i przenieść roztwór do kolb pomiarowych polipropylenowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej postępować zgodnie z punktem 3.4.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

##### b/ dla zawartości niklu powyżej 0,05 do 0,50 %

Do 9 zlewek teflonowych odważyć po 1,00 g węgla wolframu i dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 100°C lub na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia. Roztwór ochłodzić i odmierzyć do 6 zlewek kolejno: 0,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego B, a do następnych 3-ch: 3,0; 4,0; 5,0 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego A.

Do każdej zlewki dodać następnie 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. Dalej postępować wg 3.4.2. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową.

3.4.2 Przebieg analizy. Odważyć 1,000 g badanej próbki do zlewki teflonowej, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody, 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów. Zlewki przykryć przykrywką teflonową i umieścić na płycie ogrzanej do temperatury 100°C lub łaźni wodnej. 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 polipropylenowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Równocześnie z próbą badaną wykonać próbę kontrolną na czystość odczynników /próba ślepa/. Pomiar absorpcji promieniowania przeprowadzić przy długości fali 232,00 nm, przy ustalonych optymalnych warunkach dotyczących szerokości szczeliny, wysokości palnika oraz przepływu acetyleny i powietrza

### 3.5 Obliczenie wyników

Zawartość niklu /X/ obliczyć w procentach wg wzoru:

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

- c - stężenie niklu w roztworze analizowanej próbki odczytane z krzywej wzorcowej, mg/cm<sup>3</sup>,  
 c<sub>1</sub> - stężenie niklu w roztworze ślepej próby, odczytane z krzywej wzorcowej, mg/cm<sup>3</sup>,  
 V - objętość analizowanego roztworu próbki, cm<sup>3</sup>,  
 m - masa odważki próbki analizowanej lub odpowiadająca część roztworu próbki pobranej do oznaczenia, g.

3.6. Różnice między wynikami poszczególnych oznaczeń nie powinny przekraczać przy zawartości niklu:

od 0,003 do 0,05 % ——— 0,001 %  
powyżej 0,05 do 0,50 % ——— 0,01 %

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-87/0682-08

1. Instytucja opracowująca normę - Huta Baildon, Katowice

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/0682-08:

- zmieniono i poszerzono zakres oznaczania niklu,
- zmieniono sposób przygotowania prób do pomiarów,
- zmieniono sposób przygotowania krzywych wzorcowych.

3. Normy związane:

PN-86/H-04240/00      Analiza chemiczna węglików. Wytyczne ogólne.  
PN-84/H-04042        Analiza chemiczna surowców i węglików hutniczych. Zasady stosowania atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

4 Normy międzynarodowe:

ISO 7627/3 - 1983    Hardmetals - Chemical analysis by flame atomic absorption spectrometry.  
P.3. Determination of cobalt, iron, manganese and nickel in contents from 0,01 to 0,5 % (m/m).

5 Instytucja drukująca i rozprowadzająca normę: Instytut Metalurgii Żelaza - ul. K.Mierki 12,  
44-100 Gliwice

6. Autorzy projektu normy: mgr inż. Z. Kościelnik, inż. D. Lorkiewicz,  
inż. B. Michałowska - Huta Baildon