UKD 669,54

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA Metale wysokiej czystości Cynk	BN-79 0899-11 Grupa katalogowa III 58

1 WSTĘP

Przedmiotem normy jest cynk wysokiej czystości w postaci wlewków, prętów i granulek, stosowany do celów półprzewodnikowych

2 PODZIAŁ I OZNACZENIE

2 1 **Gatunki** W zależności od składu chemicznego rozróżnia się trzy gatunki cynku

Zn6N — o zawartości Zn minimum 99,9999%,
Zn5N5 — o zawartości Zn minimum 99,9995%,
Zn5N — o zawartości Zn minimum 99,999%

2 2 **Przykład oznaczenia** wlewka z cynku wysokiej czystości w gatunku Zn5N o zawartości Zn minimum 99,999%

WLEWEK Zn5N BN-79/0899-11

3 WYMAGANIA

3 1 **Powierzchnia** wlewków i prętów powinna być gładka, błyszcząca, bez pęknięć, odłamań, wyszczerbień, plam oraz obcych wtrąceń

Powierzchnia granulek powinna być gładka, błyszcząca, bez plam oraz obcych wtrąceń

3 2. **Wymiary**

3 2 1 **Wymiary wlewków** należy uzgodnić pomiędzy wytwórcą i zamawiającym

3 2 2 **Wymiary prętów** powinny wynosić średnica — 5—50 mm ze stopniowaniem co 5 mm, długość — maksimum 300 mm

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

Wymiary prętów gwarantuje wytwórca

3 2 3 **Średnice granulek** powinny wynosić 0,5—3 mm

Dopuszcza się produkcję granulek o innych wymiarach po uprzednim uzgodnieniu pomiędzy zamawiającym i wytwórcą

Wymiary granulek gwarantuje wytwórca

3 3 **Skład chemiczny** cynku wysokiej czystości podano w tabl 1

Tablica 1

Gatunek		Skład chemiczny									
		Zn, % min	Dopuszczalna zawartość zanieczyszczeń, ppm [1]								
Znak	Cecha		Cd	Pb	Fe	Cu	Sn	Ni	Ag	Bi	Ogółem
Zn99,9999	Zn6N	99,9999	0,2	0,4	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	1
Zn99,9995	Zn5N5	99,9995	0,5	2	1	0,1	0,1	0,5	0,5	0 5	5
Zn99,999	Zn5N	99,999	1	2,5	3	1	1	1	1	0,5	10

[1]) Inne zanieczyszczenia niewykrywalne w warunkach analizy wg 5 5 Dopuszcza się produkcję cynku wysokiej czystości o innej zawartości zanieczyszczeń przy zachowaniu warunku że suma ich nie przekroczy dopuszczalnej maksymalnej zawartości

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego
Metali Nieżelaznych METALE dnia 2 lipca 1979 r
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r
(Dz Norm i Miar nr 24/1979 poz 108)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1980 Wpływ do WN 17 9 79 Oddano do składu 15 11 79 Cena zł 7 20
Druk ukończono w lutym 80 Obj 1 10 a w Nakład 4000+42 egz ZGT-3 - 3546

3 4 Cechowanie Do kazdego wlewka, pręta i kazdego jednostkowego opakowania granulek nalezy przymocowac przywieszkę zawierającą co najmniej

a) znak wytworcy,
b) cechę materiału,
c) numer partii,
d) masę netto,
e) datę produkcji

4 PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4 1 Pakowanie Kazdy wlewek i pręt nalezy pakowac do woreczkow polietylenowych zas granulki do woreczkow lub słoikow polietylenowych Masa jednostkowego opakowania granulek nie powinna przekraczac 1000 g Opakowane wlewki, pręty i granulki nalezy umiescic w skrzynkach drewnianych i uszczelnic watą celulozową w celu zabezpieczenia ich przed mechanicznym uszkodzeniem Na kazdej skrzynce nalezy umiescic przywieszkę zawierającą dane wg 3 4

4 2 Przechowywanie Wlewki, pręty i granulki opakowane wg 4 1 nalezy przechowywac w czystych i suchych pomieszczeniach wolnych od wilgoci oraz aktywnych chemicznie par i gazow

4 3 Transport Wlewki, pręty i granulki nalezy przewozic czystymi i krytymi srodkami transportowymi, z zachowaniem obowiązujących przepisow w transporcie kolejowym i samochodowym

5 BADANIA

5 1 Rodzaje badań

a) sprawdzenie powierzchni (3 1),
b) sprawdzenie składu chemicznego (3 3)

5 2 Partia Partię stanowi cynk wysokiej czystosci jednej postaci, jednego gatunku, pochodzący z jednego wytopu Masy partii nie ogranicza się

5 3 Pobieranie próbek

5 3 1 Próbki do sprawdzenia powierzchni Sprawdzeniu powierzchni podlegają wszystkie wlewki i pręty wchodzące w skład partii Granulki sprawdza się pobierając probkę w ilosci 50 g przez odsypanie z trzech losowo wybranych słoikow lub woreczkow

5 3 2 Próbki do sprawdzenia składu chemicznego wlewkow nalezy pobrac przez nawiercenie trzech losowo wybranych wlewkow wiertłem o ostrzu ze stali szybkotnącej Probki z prętow nalezy pobrac przez nacięcie trzech prętow na obu koncach nozem ze stali szybkotnącej Probki granulek nalezy pobrac z trzech losowo wybranych woreczkow lub słoikow

Pobrane probki nalezy usrednic przez wymieszanie Masa probek powinna wynosic około 50 g

Na woreczkach z probkami nalezy umiescic

a) znak wytworcy,
b) cechę wyrobu,
c) numer partii,
d) datę pobrania probki

5 4 Opis badań

5 4 1 Sprawdzenie powierzchni przeprowadza się gołym okiem

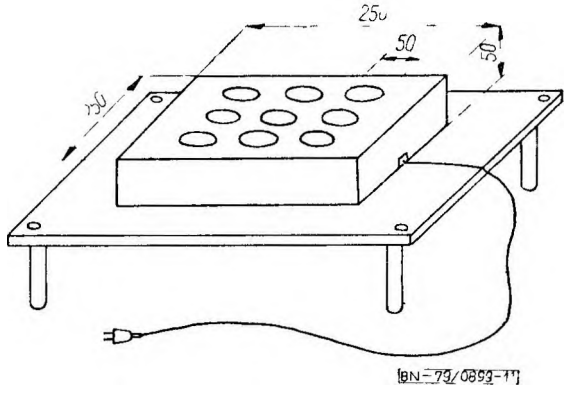
5 4 2 Sprawdzenie zawartości srebra, miedzi, bizmutu, ołowiu, kadmu i niklu

5 4 2 1 Zasada oznaczania Rozpuszczenie probki w kwasie azotowym, ekstrakcja oznaczanych zanieczyszczen za pomocą dwuetylodwutiokarbaminianu cynku, zagęszczenie zanieczyszczen na proszku grafitowym Wzbudzenie widma wzorcow i badanych probek w łuku prądu stałego oraz rejestracja na płycie fotograficznej, wykreslenie krzywych analitycznych dla poszczegolnych pierwiastkow na podstawie pomiarow fotometrycznych zaczernien linii analitycznych w probkach wzorcowych Odczytanie z krzywych analitycznych zawartosci oznaczanych zanieczyszczen w probce na podstawie pomiarow zaczernien linii wykonanych w warunkach analogicznych dla probek wzorcowych

5 4 2 2 Aparatura i urządzenia — wg tabl 2

Tablica 2

Nazwa	Opis
Piec elektryczny	grafitowy lub teflonowy o mocy 800—1000 W, zasilany przez autotransformator (wg rysunku)
Aparatura spektralna	spektrograf siatkowy PGS-2
Generator łuku	ABR-3
Mikrofotometr	G-II



Piec elektryczny

5 4 2 3 Materiały pomocnicze i odczynniki — wg tabl 3

Tablica 3

Nazwa	Opis
Tlenek cynkowy	sp cz
Tlenek srebra	sp cz
Tlenek miedziawy	sp cz
Tlenek kadmowy	sp cz
Trójtlenek bizmutu	sp cz
Tlenek ołowiawy	sp cz
Tlenek niklowy	sp cz
Chlorek sodowy	sp cz
Chlorek amonowy	sp cz
Chloroform	destylowany w naczyniach kwarcowych
Kwas azotowy	sp cz, 1,40, roztwory 2+3 i 1+10
Kwas solny	sp cz, 1,18, roztwór 1+1
Amoniak	cz d a, 0,19
Alkohol etylowy	cz d a
Dwuetylodwutiokarbaminian cynkowy	cz d a, roztwór 3 62 g rozpuścić w 1 dm³ chloroformu
Wywoływacz	
roztwór A	4 g metolu, 40 g bezwodnego siarczynu sodowego, 12 g hydrochinonu, 9 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³
roztwór B	50 g węglanu sodowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³
Utrwalacz	100 g tiosiarczanu sodowego, 6 5 g pirosiarczynu sodowego rozpuścić w 250 cm³ wody destylowanej
Kąpiel hartująca	500 g ałunu chromowo-potasowego rozpuścić na gorąco w w dm³ wody
Proszek grafitowy	np SU-601 firmy Topolcany

cd tabl 3

Nazwa	Opis
Elektrody grafitowe	sp cz dolna anoda np SU-305 o średnicy 6 mm, głębokości krateru 5 mm, górna katoda np SU-202
Płyty fotograficzne	Blau Rapid firmy ORWO

5 4 2 4 Przygotowanie wzorców

Mieszanina wyjściowa A zawierająca 1% Ag, Cu, Bi, Pb, Ni, Cd odważyć 0,043 g Ag_2O, 0,050 g CuO, 0,045 g Bi_2O_3, 0,043 g PbO, 0,051 g NiO, 0,046 g CdO utrzeć w moździerzu agatowym z 3,722 g proszku grafitowego dodając 5 cm³ alkoholu etylowego Po utarciu alkohol odparować pod promiennikiem, pozostałość utrzeć ponownie i umieścić w pudełku polistyrenowym

Mieszanina wyjściowa B o zawartości 2 10^{-1} procent Ag, Cu, Bi, Pb, Ni, Cd 800 g mieszaniny wyjściowej A utrzeć z 3200 mg proszku grafitowego dodając 5 cm³ alkoholu etylowego, a następnie odparować alkohol pod promiennikiem, pozostałość ponownie utrzeć

Mieszaniny wzorcowe przygotować wg tabl 4 przez kolejne rozcieńczenie proszkiem grafitowym, wychodząc z mieszaniny B

Tablica 4

Ilość mieszaniny wzorcowej mg	Ilość proszku grafitowego mg	Nr mieszaniny wzorcowej	Stężenie każdego pierwiastka w mieszaninie końcowej %
B-600	3 400	I	3 10^{-2}
I-1500	3,000	II	1 10^{-2}
II-1500	3,500	III	3 10^{-3}
III-1500	3,000	IV	1 10^{-3}
IV-1500	3,500	V	3 10^{-4}
V-1500	3 000	VI	1 10^{-4}
VI-1500	3,500	VII	3 10^{-5}

Tablica 5

Wzorzec	Mieszanina wzorcowa	Ilość mieszaniny wzorcowej mg	Ilość chlorku sodowego mg	Ilość tlenku cynkowego mg	Stężenie każdego pierwiastka we wzorcu, %
1	I	2,400	120	480	2,4 10^{-2}
2	II	2,900	145	580	8,0 10^{-3}
3	III	3 400	170	680	2,4 10^{-3}
4	IV	2,900	145	580	8,0 10^{-4}
5	V	3,400	170	680	2,4 10^{-4}
6	VI	2,900	145	580	8,0 10^{-5}
7	VII	4,900	245	980	2,4 10^{-5}

W celu otrzymania serii wzorcow od 1 do 7 kazdą mieszaninę wzorcową utrzec z odpowiednią iloscią chlorku sodowego i tlenku cynkowego wg tabl 5 (na str 3), dodając 5 cm³ alkoholu etylowego

Przygotowac slepą probkę do wzorcow ucierając 1,000 g proszku grafitowego z 50 mg chlorku sodowego, 200 mg tlenku cynkowego oraz 10 cm³ alkoholu etylowego Po wysuszeniu pod promiennikiem utrzec ponownie

5 4 2 5 Przygotowanie aparatury spektralnej — wg tabl 6

Tablica 6

Warunki analityczne dla spektragrafu PGS-2	
Aparatura i czynnosci	Okreslenie warunków
1	2
Zakres widma	220—460 nm
Oswietlenie szczeliny	trojsoczewkowe
Przesłona	5
Szerokosc szczeliny	10 µm
Wysokosc szczeliny	1 mm
Płyty fotograficzne	Blau Rapid firmy ORWO
Międzyelektrodowa przerwa analityczna	2 mm
Wzbudzenie widma	łuk prądu stałego o natężeniu 7 A
Czas naswietlania	40 s
Proces fotograficzny	roztwory A i B wywoływacza przygotowane wg 5 4 2 3 zmieszać z wodą destylowaną w stosunku 1 1 2, temperatura kąpieli fotograficznej 19—20°C, czas wywoływania 90 s, płytę hartować 30 s, utrwalić w ciągu 15 min, wypłukac w biezącej wodzie i dokładnie wysuszyć
Mikrofotometr	
— szerokość szczeliny	0,40 mm
— wysokość szczeliny	10 mm
— skala odczytów wychylen galwanometru	S

5 4 2 6 Wykonanie oznaczania Zwazyc suche parownice kwarcowe, w ktorych będzie odparowywany koncentrat zanieczyszczen Odwazkę probki w ilosci 0,5 — 5 g rozpuscic w 25 cm³ roztworu kwasu azotowego (2+3) Roztwor przeniesc do rozdzielacza, dodac 2,8 g chlorku amonowego, 25 cm³ roztworu amoniaku do całkowitego rozpuszczenia osadu Po ostudzeniu roztworu do temperatury pokojowej odmierzyc 15 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu cynku i wytrząsac w ciągu 5 min Fazę chloroformową przesączyc przez bibułkę do parownicy kwarcowej, fazę wodną przemyc 3 cm³ chloroformu i dołączyc roztwor po przemyciu do ekstraktu W ten sam sposob przeprowadzic drugą ekstrakcję dodając 10 cm³ roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu cynku, a do przemycia fazy wodnej 2 cm³ chloroformu Z połączonych ekstraktow organicznych odpedzic chloroform przez ostrozne ogrzewanie na piecu elektrycznym Do suchej pozostałosci dodac 6 cm³ roztworu kwasu solnego i ogrzewac pod szkiełkiem zegarkowym w ciągu 20 min, a następnie odparowac do sucha Dodac 0,5 cm³ kwasu azotowego (1,40) i ponownie odparowac do sucha Osad zwilzyc 0,2 cm³ kwasu azotowego (1,40), dodac 2 cm³ roztworu kwasu azotowego (1+10), odwazyc i dodac 75 mg proszku grafitowego, odparowac do sucha Po wysuszeniu i ostudzeniu dodac 5 mg chlorku sodowego i zwazyc parownicę Probkę usrednic pręcikiem z pleksi i odwazyc 30 mg do elektrody grafitowej Odwazyc rowniez do trzech elektrod po 30 mg kazdego z wzorcow spektralnych Rownolegle z przygotowaniem probki nalezy prowadzic slepą probę przez wszystkie operacje

Po przygotowaniu aparatury zgodnie z tabl 6 założyc płytę fotograficzną do kasety spektrograficznej Zamocowac w statywie spektrografu elektrody i nastawic za pomocą szablonu lub systemu projekcyjnego międzyelektrodową przerwę analityczną na 2 mm Po ustawieniu układu elektrod w osi optycznej spektrografu wzbudzic probkę do swiecenia załączając poprzez wyłącznik zegarowy generator łuku na 40 s Na płytę naswietlac kolejno trzykrotnie widmo kazdego wzorca oraz analizowanej probki Po wykonaniu spektrogramow poddac płytę procesowi obrobki fotograficznej, przy czym temperatura kąpieli fotograficznej powinna wynosic 19—20°C Zanurzona w wywoływaczu płyta powinna byc jednoczesnie pokryta roztworem na całej swojej powierzchni

Dla rownomiernego mieszania roztworu wywoływacza nalezy kuwetę jednostajnie kołysac Czas wywoływania powinien wynosic 90 s, hartowania 30 s Następnie nalezy obraz widma utrwalic, przetrzymując płytę w utrwalaczu 15 min, a następnie wypłukac w biezącej wodzie i wysuszyc Podczas suszenia płyty zwracac uwagę na to, aby powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu Następnie fotometrowac za pomocą mikrofotometru zaczernienie linii spektralnych podanych w tabl 7

Tablica 7

Pierwiastek	Długość, nm
Pb	283,3
Ni	305,0
Bi	306,7
Cd	326,1
Cu	327,4
Ag	328,0

Pomiar zaczernienia linii należy rozpocząć po upływie 15 min od chwili zapalenia żarówki mikrofotometru W ciągu tego samego czasu reguluje się ostrość obrazu na ekranie mikrofotometru oraz ustawia linie spektralne na płycie fotograficznej równolegle do szczeliny mikrofotometru

5 4 2 7 Obliczanie wyników Dla każdego zarejestrowanego widma obliczyć różnicę zaczernień linii (S) oznaczanych pierwiastków oraz tła wg wzoru

$$S = S_a - S_t$$

w którym

S_a — zaczernienie linii analitycznej oznaczanego pierwiastka,

S_t — zaczernienie tła.

Następnie sporządzić wykres dla każdego pierwiastka na papierze jednostronnie logarytmicznym w układzie współrzędnych S — lgc odkładając na osi odciętych logarytm zawartości pierwiastka we wzorcu, w ppm, a na osi rzędnych wartość S

Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń (X) obliczyć w ppm, wg wzoru

$$X = \frac{(p_1 - p_o)\ (a - b)}{m} \qquad (1)$$

w którym

p_1 — masa parowniczki z wysuszonym koncentratem zanieczyszczeń, g,

p_o — masa pustej parowniczki, g,

a — zawartość zanieczyszczenia w koncentracie odczytana z krzywej wzorcowej, ppm,

b — zawartość zanieczyszczenia w koncentracie ślepej próbki odczytana z krzywej wzorcowej, ppm,

m — odważka próbki, g

5 4 2 8 Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczać ± 15%

5 4 2 9 Precyzja metody — wg tabl 8

Tablica 8

Pierwiastek	Zawartość średnia $X \times 10^{-4}$ %	Odchylenie standardowe $S \times 10^{-4}$	Współczynnik wariancji V	Liczba oznaczań
Ag	9,7	2,6	0,27	12
Cu	1,1	0,3	0,27	10
Bi	3,8	0,8	0,22	12
Pb	4,8	2,1	0,44	12
Cd	3,0	0,87	0,29	9
Ni	3,3	0,52	0,16	9

5 4 3 Oznaczanie zawartości cyny

5 4 3 1 Zasada oznaczania Elektrolityczne rozpuszczenie próbki w 9N roztworze kwasu siarkowego i oddzielenie cyny od cynku na drodze chloroformowej ekstrakcji dwuetylodwutiokarbaminianu Sn^{2+} Po reekstrakcji cyny nadmanganianem potasowym — oznaczanie cyny metodą kolorymetryczną w barwnym połączeniu z fenylofluoronem

5 4 3 2 Aparatura i urządzenia

a) Elektrolizer,

b) Tygiel platynowy ze spiralą platynową,

c) Zlewki kwarcowe pojemności 150 cm³,

d) Rozdzielacze kwarcowe pojemności 100 cm³,

e) Spektrofotometr z kompletnym wyposażeniem

5 4 3 3 Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83) cz d a i roztwory 1+9 i 9N

b) Kwas askorbinowy, roztwor 5-procentowy (świeżo przygotowany)

c) Kwas tioglikolowy, roztwor 10-procentowy

d) Kwas solny (1,18) cz d a, roztwor 5N

e) Kwas dwuetylodwutiokarbaminianowy, roztwor 1-procentowy (świeżo przygotowany)

f) Nadmanganian potasowy, roztwor 1-procentowy

g) Kwas winowy, roztwor 10-procentowy

h) Fenoloftaleina, roztwor 0,1-procentowy w alkoholu

i) Amoniak (0,91) cz d a

j) Żelatyna, roztwor 0,5-procentowy

k) Alkohol etylowy, skażony

l) Chloroform cz d a

m) Fenylofluoron, roztwor 0,03-procentowy 75 mg fenylofluoronu rozpuścić w 10 cm³ kwasu siarkowego (1,83) i rozcieńczyć roztwor alkoholem do objętości 250 cm³ Roztwor przygotować co najmniej na dzień przed przystąpieniem do analizy W ten sposób przygotowany roztwor jest trwały przez kilka tygodni

n) Woda dejonizowana, podwójnie destylowana w naczyniach kwarcowych

o) Roztwor do ekstrakcji 20 cm³ 1-procentowego roztworu kwasu dwuetylodwutiokarbaminianowego zmieszać z 20 cm³ chloroformu i 1,6 cm³ 5N roztworu kwasu solnego i wytrząsać przez 1 min Ekstrakt należy sporządzić najdalej na godzinę przed użyciem i przechowywać w temperaturze 10°C

p) Roztwor do reekstrakcji do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³ odmierzyć 1,5 cm³ 9N roztworu kwasu siarkowego, 7,5 cm³ 1-procentowego roztworu nadmanganianu potasowego, uzupełnić do kreski wodą i wymieszać

r) Wzorcowe roztwory cyny

Roztwór A 0,1 cyny wysokiej czystości rozpuścić w 10 cm³ kwasu siarkowego (1,83), po ochłodzeniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego (1+9) 1 cm³ roztworu zawiera 0,1 mg cyny

Roztwór B 5,0 cm^3 roztworu A odmierzyc do kolby pomiarowej 1 dm^3, dopełnic do kreski roztworem kwasu siarkowego (1+9) i wymieszac 1 cm^3 roztworu zawiera 5 10^{-4} mg cyny

5 4 3 4 Przygotowanie krzywej wzorcowej Do szesciu kolb pomiarowych pojemnosci 10 cm^3 odmierzyc 0, 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 4,0 cm^3 roztworu wzorcowego B, uzupełnic wodą do objętosci 4 cm^3, dodac 1 cm^3 roztworu kwasu winowego, kroplę fenoloftaleiny i zobojętnic roztworem amoniaku Następnie dodac 0,5 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (1+1), 0,5 cm^3 roztworu zelatyny, 2 cm^3 roztworu fenylofluoronu, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Po 20 min wykonac pomiar absorpcji przy długosci fali 510 nm Pomiai absorpcji wykonac w kuwetach grubosci 5 cm stosując jako roztwor porownawczy roztwor slepej probki Na podstawie wynikow pomiarow wykreslic krzywą wzorcową odkładając na osi odciętych zawartosc cyny, w $\mu g/cm^3$, a na osi rzędnych odpowiadającą tym stężeniom ekstynkcję

5 4 3 5 Wykonanie oznaczania 0,5 — 6 g rozdrobnionej probki cynku rozpuscic elektrolitycznie w 30 cm^3 9N roztworu kwasu siarkowego Rozpuszczanie prowadzic w tyglu platynowym W razie odparowania cieczy dodac niewielką ilosc wody Po rozpuszczeniu dodac 15 cm^3 wody, 0,2 cm^3 roztworu kwasu tioglikolowego i ogrzewac az do wrzenia przez 20 min Roztwor przeniesc do rozdzielacza, dodac 5 cm^3 odczynnika do ekstrakcji i ekstrahowac 1 min Po rozdzieleniu się warstw, warstwę dolną ekstrahowac jeszcze dwukrotnie porcjami po 5 cm^3 odczynnika w chloroformie, zbierając wszystkie warstwy chloroformowe a odrzucając wodną Reekstrakcję przeprowadzic dwoma porcjami po 2,5 cm^3 roztworu do reekstrakcji Czas kazdej reekstrakcji 1 min Po rozdzieleniu się warstw, warstwę chloroformową odrzucic a do połączonych warstw wodnych dodac 0,5 cm^3 roztworu kwasu askorbinowego i przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 25 cm^3 Następnie dodac 2,5 cm^3 roztworu kwasu winowego, 2 krople fenoloftaleiny i zobojętnic amoniakiem Po dodaniu 1,5 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (1+1) i 1,2 cm^3 roztworu zelatyny dodac 5 cm^3 fenylofluoronu Uzupełnic wodą do kreski i wykonac pomiar absorpcji po 20 min przy długosci fali 510 nm

Rownoczesnie wykonac slepą probę, względem ktorej nalezy przeprowadzic pomiar absorpcji probek badanych Zawartosc cyny odczytac z krzywej wzorcowej

5 4 3 6 Obliczanie wyników Zawartosc cyny (X) obliczyc, w ppm, wg wzoru

$$X = \frac{b\ v}{m} \qquad (2)$$

w ktorym

b — stężenie cyny w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, $\mu g/cm^3$,

v — objętosc roztworu badanego, cm^3,

m — odwazka probki, g

5 4 3 7 Dopuszczalne róznice między wynikami rownoległych oznaczan ± 10 procent

5 4 4 Oznaczanie zawartości zelaza

5 4 4 1 Zasada oznaczania Rozpuszczenie probki w roztworze kwasu solnego, ekstrakcja kupferonianu zelaza chloroformem i oznaczanie kolorymetryczne zelaza w postaci kompleksu rodankowego

5 4 4 2 Aparatura i urządzenia

a) Zlewki kwarcowe pojemnosci 150 cm^3

b) Rozdzielacze kwarcowe pojemnosci 100 cm^3

c) Spektrofotometr z kompletnym wyposazeniem

d) Piec elektryczny (wg rysunku w p 5 4 2 2)

5 4 4 3 Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18) sp cz i roztwory 5-procentowy, 6N i 1N

b) Kwas azotowy sp cz (1,40)

c) Kwas siarkowy (1,83) cz d a

d) Kupferon, roztwor 2-procentowy

e) Chloroform cz d a

f) Nadtlenek wodoru cz d a roztwor 30-procentowy

g) Rodanek potasowy, roztwor 50-procentowy oczyszczony ze sladow zelaza alkoholem izoamylowym

h) Alkohol izoamylowy cz d a

i) Roztwor wzorcowy zelaza 0,1429 g Fe_2O_3 sp cz rozpuscic w 10 cm^3 kwasu solnego (1,18) a następnie przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 100 cm^3 Z tak przygotowanego roztworu o zawartosci 1 mg/cm^3 zelaza przez kolejne rozcienczanie w stosunku 1 10 1N roztworem kwasu solnego przeprowadzone 4-krotnie otrzymuje się roztwor o stężeniu 0,1 $\mu g/cm^3$

5 4 4 4 Przygotowanie krzywej wzorcowej Do siedmiu rozdzielaczy o pojemnosci około 50 cm^3 odmierzyc kolejno 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 cm^3 roztworu wzorcowego zelaza o stężeniu 0,1 $\mu g/cm^3$ i uzupełnic wodą do objętosci 10 cm^3 Dodac 1 cm^3 roztworu rodanku potasowego i ekstrahowac 5 cm^3 alkoholu izoamylowego przez 30 s Ekstrakt przeniesc do kolb pomiarowych pojemnosci 10 cm^3 i uzupełnic alkoholem izoamylowym Fotometrowac przy długosci fali 495 nm wobec alkoholu izoamylowego jako odnosnika

Pomiar absorpcji wykonac w kuwetach grubosci 5 cm stosując jako porownawczy roztwor, roztwor

slepej probki Na podstawie wynikow pomiarow wykreslic krzywą wzorcową odkładając na osi odciętych zawartosc zelaza w μg/cm³, a na osi rzędnych odpowiadającą tym stężeniom ekstynkcję

5 4 4 5 Wykonanie oznaczania 0,5 — 5 g probki cynku rozpuscic przy słabym ogrzewaniu w 5 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) Po rozpuszczeniu dodac do roztworu dwie krople roztworu nadtlenku wodoru, przeniesc do rozdzielacza, dodac 10 cm³ wody zdemineralizowanej i wymieszac Następnie dodac 3 cm³ roztworu kupferonu, 5 cm³ chloroformu i ekstrahowac 1 min Po rozdzieleniu się warstw, warstwę ograniczoną wlac do drugiego rozdzielacza a w pierwszej powtorzyc ekstrakcję jeszcze dwa razy dolewając za kazdym razem po 2 cm³ roztworu kupferonu i 4 cm³ chloroformu Warstwę wodną odrzucic, a fazę organiczną przemyc 5 cm³ 5-procentowego roztworu kwasu solnego i przeniesc do zlewki Dodac 1 cm³ kwasu azotowego i pozostawic na 16 h pod przykryciem Następnie odstroznie, nie zdejmując szkiełka zegarkowego, odparowac chloroform przy słabym ogrzewaniu Jezeli roztwor jest szary dodac 2 krople roztworu wodoru i odparowac do objętosci 1 cm³ kwasu siarkowego i odparowac do pojawienia się białych par Po odparowaniu dodac 1 cm³ roztworu nadtlenku wodoru i 2 cm³ wody aż do momentu, gdy pozostałosc rozcienczona wodą będzie całkowicie bezbarwna Roztwor odparowac prawie do sucha, sole rozpuscic w 5 cm³ wody przy słabym ogrzewaniu dodac 10 cm³ wody, 0,5 cm³ 6N roztworu kwasu solnego, 1—2 cm³ roztworu rodanku potasowego, 5 cm³ alkoholu izoamylowego i wytrząsac 30 s Barwny ekstrakt przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosci 10 cm³, uzupełnic alkoholem izoamylowym i zmierzyc absorpcję przy długosci fali 495 nm wobec slepej proby, ktora była prowadzona przez wszystkie stadia analizy

Zawartosc zelaza odczytac z krzywej wzorcowej

5 4 4 6 Obliczanie wyników Zawartosc zelaza (X) obliczyc, w ppm, wg wzoru

$$X = \frac{b\ v}{m} \qquad (3)$$

w ktorym

b — stężenie zelaza w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, μg/cm³,
v — objętosc roztworu badanego, g,
m — odwazka probki, g

5 4 4 7 Dopuszczalne róznice między wynikami rownoległych oznaczan ± 15%

5 5 Pozostałe zanieczyszczenia Zanieczyszczenia nie ujęte w tabl 1 nie powinny byc wykrywalne bezposrednią metodą analizy spektralnej przy zastosowaniu następujących warunkow

wielkosc probki — 30 mg,
elektrody dolna — anoda np SU-305
górna — katoda np SU-202,
odległosc między elektrodami — 2 mm,
łuk prądu stałego U — 220 V, I=7 A,
czas naswietlania — 40 s,
osłabiacz trojstopniowy,
srodkowa soczewka na pełnym otworze,
klisza — Blau Rapid firmy ORWO,
obrobka fotograficzna — wg 5 4 2 6,
szczelina — 10 μm

5 6 Ocena wyników badań Wlewki, pręty i granulki nie odpowiadające wymaganiom 3 1 lub 3 2 nalezy uznac za niezgodne z wymaganiami normy Jezeli wyniki analizy chemicznej nie odpowiadają wymaganiom 3 3, partię nalezy uznac za niezgodną z wymaganiami normy

5 7 Atest Do kazdej partii wlewkow, prętow i granulek nalezy dołączyc atest wg BN-74/0809-01 p 2

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Niezelaznych, Gliwice

2 Normy związane
BN-74/0809-01 Metale niezelazne Zaswiadczenie jakosci i atest

3 Symbol wg SWW — 0532-98

4 Dotychczasowe normy Dotychczas obowiązująca ZN-71/MPC-MN-02916 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1980 r

5 Autorzy projektu normy mgr Zofia Sokołowska, dr Czesław Sokołowski, mgr inz Władysław Szponder, Zakład Doswiadczalny przy Hucie Aluminium w Skawinie