

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-73 0899-04
	Metale wysokiej czystości	
	Ind	Grupa katalogowa 039 50

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest ind wysokiej czystości w postaci wlewków, prętów, drutów i granulek.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. **Postać.** Ind wysokiej czystości produkuje się w postaci wlewków, prętów, drutów i granulek.

2.2. **Gatunki.** W zależności od składu chemicznego rozróżnia się trzy gatunki indu:

- In 6N o zawartości In minimum 99,9999%,
- In 5N5 o zawartości In minimum 99,9995%,
- In 5N o zawartości In minimum 99,999%.

2.3. **Przykład oznaczenia** wlewka z indu wysokiej czystości In minimum 99,999%

WLEWEK In 5N BN-73/0899-04

3. WYMAGANIA

3.1. **Powierzchnia** wlewków, prętów, drutów i granulek powinna być gładka, błyszcząca, bez pęknięć, odłamań, wyszczerbień, plam oraz obcych wtrąceń.

3.2. Wymiary

3.2.1. **Wymiary wlewków** należy uzgodnić między wytwórcą a zamawiającym.

3.2.2. **Wymiary granulek** powinny wynosić od 0,5 do 5 mm. Dopuszcza się produkcję granulek o innych wymiarach po uprzednim uzgodnieniu między zamawiającym a wytwórcą.

3.2.3. **Średnice drutów** powinny wynosić: 0,5; 1,0; 3,0 mm. Dopuszcza się produkcję drutów o innych średnicach po uprzednim uzgodnieniu między zamawiającym i wytwórcą.

3.2.4. **Wymiary prętów** powinny wynosić: średnica 10, 20 i 30 mm, długość 300 mm.

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

3.3. **Skład chemiczny** indu wysokiej czystości podano w tabl. 1.

3.4. **Cechowanie.** Do każdego jednostkowego opakowania wyrobu należy przymocować przywieszkę zawierającą co najmniej:

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. **Pakowanie.** Każdy wlewek, pręt oraz drut nawinięty na szpule winidurkowe należy pakować do woreczka polietylenowego, a granulki do woreczków lub słoików polietylenowych. Masa jednostkowego opakowania granulek powinna wynosić co najmniej 100 g.

Tablica 1

Gatunek		Skład chemiczny										
		Składnik podstawowy % min	Dopuszczalne zanieczyszczenia, ppm ¹⁾ max									
Znak	Cecha	In	Cu	Fe	Pb	Sn	Ag	Ni	Cd	Hg	Al	Ogółem
In 99,9999	In 6N	99,9999	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	—	1
In 99,9995	In 5N5	99,9995	0,5	0,2	1	1	0,5	0,2	—	—	0,5	5
In 99,999	In 5N	99,999	1	0,2	2	2	1	0,2	0,5	1	1	10

Dopuszcza się produkcję indu wysokiej czystości o innej zawartości zanieczyszczeń przy zachowaniu warunków, że suma ich nie przekroczy dopuszczalnej maksymalnej zawartości

¹⁾ Inne zanieczyszczenia niewykrywalne w warunkach analizy wg 5.5.

¹⁾ Symbol wg SWW:0532-91.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego
Metali Nieżelaznych METALE dnia 12 czerwca 1973 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1974 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 31/1973 poz. 98)

Opakowane wlewki, pręty, szpule drut i granulki należy umieścić w skrzynkach drewnianych i uszczelnić watą celulozową dla zabezpieczenia ich przed mechanicznym uszkodzeniem. Na każdej skrzynce należy umieścić przywieszkę zawierającą dane od a) do d) wg 3.4. Ponadto na każdym opakowaniu należy nakleić napis: „Ostrożnie, nie rzucać”.

4.2. Przechowywanie i transport. Wlewki, pręty, drut i granulki należy przechowywać w suchych i czystych pomieszczeniach, wolnych od szkodliwych par i gazów oraz przewozić w czystych i krytych środkach transportowych.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

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

5.2. Partia. Partię stanowi ind. wysokiej czystości jednego gatunku, jednej postaci, pochodzący z jednego wytopu. Masy partii nie ogranicza się.

5.3. Pobieranie próbek

5.3.1. Próbkki do sprawdzenia powierzchni. Sprawdzeniu powierzchni podlegają wszystkie wlewki, pręty i druty wchodzące w skład partii. Granulki sprawdza się pobierając próbkę w ilości 50 g.

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

5.3.3. Próbkki do sprawdzenia składu chemicznego. Próbkki do sprawdzenia składu chemicznego wlewków należy pobrać przez nacięcie trzech wlewków nożem tytanowym w trzech miejscach, natomiast z prętów przez nacięcie obu końców nożem tytanowym. Próbkę drutu odciąć nożem tytanowym. Masa uśrednionych próbek powinna wynosić 50 g.

Średnią próbkę granulek należy pobierać odważając 50 g indu z trzech woreczków lub słoików. Na torebce należy umieścić:

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

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie powierzchni przeprowadza się nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Sprawdzenie wymiarów

5.4.2.1. Sprawdzenie wymiarów granulek przeprowadza się metodami uzgodnionymi między wytwórcą i zamawiającym na próbce pobranej wg 5.3.1.

5.4.2.2. Sprawdzenie średnicy drutów przeprowadza się przy pomocy mikroskopu projekcyjnego.

5.4.2.3. Sprawdzenie średnicy prętów przeprowadza się suwmiarką z dokładnością do 0,1 mm.

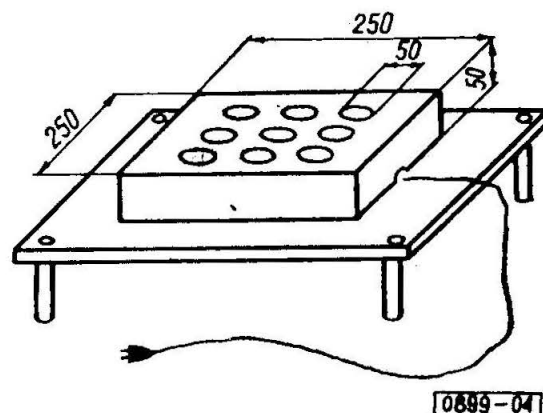
5.4.3. Sprawdzenie zawartości miedzi, ołowiu, srebra, niklu, kadmu, rtęci i aluminium

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Oddzielenie indu na drodze ekstrakcji eterem etylowym z 4 n roztworu kwasu bromowodorowego, zagęszczenie pozostałych zanieczyszczeń na proszku grafitowym. Wzbudzenie widma wzorców i badanych próbek w łuku prądu stałego oraz rejestracja na płycie fotograficznej. Wykreślenie krzywych analitycznych dla poszczególnych pierwiastków w oparciu o pomiary fotometryczne zaczerpień linii pierwiastków w próbkach wzorcowych. Odczytanie z krzywych analitycznych zawartości oznaczanych zanieczyszczeń w próbkach na podstawie pomiarów zaczerpień linii wykonanych w warunkach analogicznych dla próbek wzorcowych.

5.4.3.2. Aparatura i urządzenia — wg tabl. 2.

Tablica 2

Nazwa	Opis
Generator łuku prądu stałego	np. ABR — 3
Aparatura spektralna	spektrograf kwarcowy średniej dyspersji np. ISP—28
Autotransformator	np. 2200 VA
Elektryczny piec (rysunek)	grafitowy lub teflonowy o mocy 800 ÷ 1000 W zasilany przez autotransformator
Klosz	szklany
Rozdzielacze	kwarcowe, pojemności 100 cm ³
Zlewki	kwarcowe, pojemności 100 cm ³
Moździerze	teflonowe
Cylindry	pojemności 50 cm ³
Destylarka	kwarcowa, dwustopniowa z jonitami
Słoiczki	polietylenowe
Szpachelki	ze szkła organicznego
Pudełka na elektrody	ze szkła organicznego
Spektroprojektor	np. SP—2
Mikrofotometr	np. MF—2
Aparat do destylacji stopu	kwarcowy



0899-04

5.4.3.3. Materiały pomocnicze i odczynniki — wg tabl. 3.

Tablica 3

Nazwa	Opis
Kwas bromowodorowy	sp. cz. stężony (1,38); 4n
Kwas solny	sp. cz. stężony (1,18)
Kwas azotowy	sp. cz. stężony (1,4)
Tlenek miedziowy	sp. cz.
Tlenek ołowiawy	sp. cz.
Tlenek niklawy	sp. cz.
Tlenek kadmowy	sp. cz.
Azotan srebrowy	sp. cz.
Chlorek rtęciowy	sp. cz.
Trójtlenek glinu	sp. cz.
Eter etylowy	destylowany
Woda	podwójnie destylowana w aparacie kwarcowym
Wywoływacz: Roztwór A	40 g hydrochinonu, 40 g pirosiarczyny potasowego, 8 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić w kolbie do 1 dm ³
Roztwór B	100 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić w kolbie do 1 dm ³
Utrwalacz	400 g tiosiarczynu sodowego, 26 g pirosiarczyny potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić w kolbie do 1 dm ³
Roztwory wzorcowe miedzi, niklu i kadmu	rozpuścić każde osobno: 0,125 g tlenku miedziowego, 0,13 g tlenku niklowego (na gorąco) 0,11 g tlenku kadmowego w niewielkiej ilości kwasu solnego i uzupełnić wodą dejonizowaną w kolbie do 100 cm ³
Roztwory wzorcowe glinu, rtęci i srebra	rozpuścić każde osobno: 0,49 g trójtlenku glinu, 0,13 g chlorku rtęciowego (+2 krople kwasu solnego) 0,14 g azotanu srebrowego w wodzie i uzupełnić wodą jonizowaną w kolbie do 100 cm ³
Roztwór wzorcowy ołowiu	rozpuścić 0,11 g tlenku ołowiawego w niewielkiej ilości kwasu azotowego i uzupełnić wodą dejonizowaną w kolbie do 110 cm ³ ; otrzymuje się 0,1 — procentowe roztwory
Proszek grafitowy	np. SU-601 firmy Topolcany domieszgowany 5 procentami indu (w postaci chlorku indu)
Elektrody grafitowe	np. SU-305 i SU-202
Płyty fotograficzne	np. Blau Hart i Blau Rapid firmy ORWO

5.4.3.4. Przygotowanie wzorców. Osnowę przygotować nakraplając na proszek grafitowy roztwór indu w kwasie solnym w takiej ilości aby w przeliczeniu na suchą masę oraz czysty metal było 5% In. Aby otrzymać 200 g osnowy należy odważyć 180,75 g proszku grafitowego, 10 g indu rozpuścić w 45 cm³ kwasu solnego i tak przygotowany roztwór wlać do odważonego proszku grafitowego a następnie odparować do sucha. Skład chemiczny syntetycznych wzorców na osnowie proszku grafitowego z dodatkiem 5% In podano w tabl. 4.

Tablica 4

Nr wzorca	Stężenie %	Sposób przygotowania wzorca
I	0,01	odważyć 50 g proszku grafitowego zawierającego 5 procent indu, zakropić po 5 cm ³ 0,1-procentowych roztworów wzorcowych metali, wysuszyć w temperaturze 105°C, ucierać w moździerzu teflonowym przez 30 min.
II	0,005	odważyć 15 g wzorca I, 15 g osnowy i ucierać 30 min.
III	0,0025	15 g wzorca II i 15 g osnowy ucierać 30 min.
IV	0,001	12 g wzorca III i 18 g osnowy ucierać 30 min.
V	0,0005	15 g wzorca IV i 15 g osnowy ucierać 30 min.
VI	0,00025	15 g wzorca V i 15 g osnowy ucierać 30 min.
VII	0,0001	12 g wzorca VI i 18 g osnowy ucierać 30 min
VIII	0,00005	10 g wzorca VI i 10 g osnowy ucierać 30 min.

5.4.3.5. Przygotowanie aparatury spektralnej. Aparaturę przygotować według parametrów podanych w tabl. 5.

Tablica 5

Warunki analityczne dla spektrografu ISP-28	
Aparatura i czynności	Określenie warunków
Zakres widma	220 ÷ 460 nm
Oświetlenie szczeliny	trójsoczewkowe
Pośrednia diafragma	5
Szerokość szczeliny	0,015 mm
Wysokość szczeliny	1 mm
Płyty fotograficzne	ORWO Blau Hart i Blau Rapid
Międzyelektrodowa przerwa analityczna	3 mm
Wzbudzenie widma	łuk prądu stałego o natężeniu 8 A (dolna anoda)
Czas naświetlania	20 s
Proces fotograficzny	roztwory A i B wywoływacza przygotowane wg 5.4.3.3 zmieszać z wodą w stosunku 1:1:4; temperatura kąpieli fotograficznej 19 ± 0,5°C; czas wywoływania 30 s.; płytę utrwalić w ciągu 10 min, następnie starannie wypłukać w bieżącej wodzie i wysuszyć
Mikrofotometr	MF-2
Szerokość szczeliny	0,04 mm
Wysokość szczeliny	10 mm
Skala odczytów wychyleń galwanometru	W

5.4.3.6. Wykonanie oznaczania. Odważyć dwa razy po 2 g indu, umieścić w zlewkach kwarcowych pojemności 100 cm³, dodać 15 cm³ kwasu bromowodorowego (1,38) nakryć szkiełkami zegarkowymi i rozpuszczać na piecyku grafitowym w temperaturze 70°C. Otrzy-

many roztwór odparować do sucha, pozostałość rozpuścić w 20 cm³ 4n roztworu kwasu bromowodorowego i odstawić pod klosz do ochłodzenia. Oziębiony roztwór przenieść ilościowo do rozdzielacza pojemności 100 cm³, napelnionego 30 cm³ eteru etylowego i wytrząsać w ciągu 2 min. Po rozdzieleniu się warstw, dolną warstwę (kwas bromowodorowy + zanieczyszczenia) zlać do drugiego rozdzielacza i powtórzyć ekstrakcję indu taką samą ilością eteru jeszcze dwa razy. Warstwy eterowe odrzucić. Po ukończeniu ekstrakcji przenieść warstwę bromowodorową do tygla kwarcowego napelnionego 100 mg proszku grafitowego zawierającego 5% indu i wymieszać.

Zawartość tygla odparować do sucha na piecu grafitowym w temperaturze 70°C. Suchą pozostałość umieścić w kraterkach elektrod grafitowych lekko ją ubijając. Równocześnie z badaną próbką przeprowadzić „ślepa próbę”. W tym celu należy odparować do sucha 15 cm³ kwasu bromowodorowego (1,38), do pozostałości dodać 20 cm³ 4n roztworu kwasu bromowodorowego, całość podgrzać, ochłodzić i ekstrahować trzykrotnie 30 cm³ eteru. Dalej postępować jak z badanymi próbkami. Z każdej analizowanej próbki, z wzorców i „ślepej próby” ładować równolegle po 2 elektrody. Po przygotowaniu aparatury zgodnie z tabl. 5 założyć płytę fotograficzną do kasety spektrograficznej. Zamocować w statywie spektrografu elektrody i nastawić za pomocą szablonu lub systemu projekcyjnego międzyelektrodową przerwę analityczną na 3 mm. Po ustawieniu układu elektrod w osi optycznej spektrografu wzbudzać próbkę do świecenia załączając poprzez wyłącznik zegarowy generator łuku na 20 s. Na płytę fotograficzną naświetlać kolejno dwukrotnie widmo każdego wzorca i analizowanej próbki.

Po wykonaniu spektrogramów poddać płytę procesowi obróbki fotograficznej. Zanurzona do wywoływacza płyta powinna być jednocześnie pokryta roztworem na całej swojej powierzchni. Dla równomiernego mieszania roztworu wywoływacza należy kuwetę jednostajnie kołysać. Czas wywoływania powinien wynosić 30 s. Następnie przerwać proces wywoływania przez szybkie intensywne płukanie wodą. Obraz widma utrwalić przetrzymując płytę w utrwalaczu przez około 10 min po czym płukać w strumieniu wody bieżącej i wysuszyć. Podczas suszenia płyty zwracać baczną uwagę na to, aby powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu. Następnie fotometrować za pomocą mikrofotometru zaczernienia linii spektralnych podanych w tabl. 6.

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

Tablica 6

Pierwiastek	Długość linii, nm
Cd	228,802
Hg	253,650
Pb	283,307
Al	308,216
Ni	310,188
Cu	327,596
Ag	328,068

5.4.3.7. Obliczanie wyników. Dla każdego zarejestrowanego widma obliczyć różnicę zaczernień linii (ΔW) oznaczanych pierwiastków oraz λ wg wzoru

$$\Delta W = W_a - W_t$$

w którym:

W_a — zaczernienie linii analitycznej oznaczanego pierwiastka,

W_t — zaczernienie tła.

Następnie sporządzić wykres na papierze jednostronnie logarytmicznym w układzie współrzędnych ΔW — $\lg c$ odkładając na osi odciętych logarytm zawartości każdego wzorca w ppm dla oznaczanego pierwiastka. Na osi rzędnych odłożyć obliczone duże wartości ΔW dla każdego wzorca i wykreślić krzywą analityczną. Z krzywych analitycznych odczytać wprost na osi odciętych zawartość oznaczonych zanieczyszczeń w ppm dla koncentratu.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników z czterech pojedynczych oznaczeń.

Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń (X) w ppm obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{a(k - s)}{m}$$

w którym:

a — masa koncentratu, g,

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

s — zawartość zanieczyszczenia w koncentracie „ślepej próby” odczytana z krzywej wzorcowej, ppm,

m — odważka próbki, g.

5.4.3.8. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać $\pm 15\%$.

5.4.3.9. Precyzja metody — wg tabl. 7.

Tablica 7

Pier-wiastek	Zawartość średnia $\bar{x}$ $\times 10^{-4}\%$	Odchylenie standardowe S	Współczyn- nik wariancji V, %	Liczba oznaczeń
Ag 2	2,2	0,21	9,6	20
Cu	2,3	0,32	13,9	20
Al	1,4	0,16	11,4	20
Ni	1,5	0,14	9,3	20
Pb	1,7	0,21	12	20
Cd	1,6	0,32	20	20
Hg	1,7	0,21	13	20

$$\text{Zawartość średnia } \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$\text{Odchylenie standardowe } S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$\text{Współczynnik wariancji } V = \frac{S}{\bar{x}} \cdot 100$$

x_i — wynik potrójnego pomiaru,
 n — liczba potrójnych pomiarów.

5.4.4. Oznaczanie zawartości cyny

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbek w roztworze kwasu siarkowego, redukcja cyny do dwuwartościowej kwasem tioglikolowym, ekstrakcja cyny chloroformowym roztworem dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, utlenienie cyny dwuwartościowej do czterwartościowej, pomiar absorpcji kompleksowego połączenia cyny z fenylofluoronem przy 510 nm na spektrokolorymetrze.

5.4.4.2. Aparatura i urządzenia

- Spektrofotometr z kompletnym wyposażeniem lub spektrokolorymetr.
- Rozdzielacze kwarcowe pojemności 50 cm³.
- Pipety kwarcowe pojemności 2 i 5 cm³.
- Zlewki kwarcowe pojemności 50 cm³.
- Kolby pomiarowe kwarcowe pojemności 10 i 25 cm³.

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy (1,83) cz.d.a. i roztwory: 1+9; 1+1 i 9n.
- Kwas askorbinowy, roztwór 5-procentowy, świeżo przygotowany.
- Kwas solny (1,18) sp.cz. i roztwór 5n.
- Kwas tioglikolowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.
- Kwas winowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy.
- Amoniak (0,91) cz.d.a.
- Nadmanganian potasowy cz.d.a. roztwór 1-procentowy.

h) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy cz.d.a. roztwór chloroformowy 1-procentowy: 20 cm³ 1-procentowego roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, świeżo przygotowanego, zalać w rozdzielaczu 1,6 cm³ 5n roztworu kwasu solnego i ekstrahować 20 cm³ chloroformu w czasie 1 min. Przygotowany roztwór przechowywać w temperaturze poniżej 10°C i sporządzić go nie wcześniej niż na 1 godzinę przed użyciem.

i) Żelatyny, roztwór 0,5 -procentowy.

j) Roztwór do reekstrakcji cyny: do 1,5 cm³ 9n roztworu kwasu siarkowego dodać 7,5 cm³ 1-procentowego roztworu nadmanganianu potasowego i uzupełnić wodą w kolbie do objętości 25 cm³.

k) Fenoloftaleina, roztwór 0,1-procentowy w alkoholu.

l) Fenylofluoron, roztwór 0,03-procentowy w alkoholu etylowym z dodatkiem 3 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+6).

m) Alkohol etylowy cz.d.a.

n) Chloroform cz.d.a.

o) Woda dejonizowana, podwójnie destylowana w naczyniach kwarcowych,

p) Wzorcowe roztwory cyny

Roztwór A: 0,1 g cyny rozpuścić ogrzewając w 10 cm³ kwasu siarkowego (1,83), roztwór ochłodzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, dopełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego (1+9) i wymieszać. 1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg Sn.

Roztwór B: 25 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego (1+9) i wymieszać. 1 cm³ roztworu B zawiera 0,010 mg Sn.

Roztwór C: 25 cm³ roztworu B umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego (1+9) i wymieszać. 1 cm³ roztworu C zawiera 0,001 mg Sn.

Roztwory B i C sporządzać w dniu wykreślenia krzywej wzorcowej.

5.4.4.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odmierzyć 0; 0,2; 0,5; 0,7; 1,0; i 1,5 cm³ roztworu kwasu winowego kroplę fenoloftaleiny i zubożnić amoniakiem. Następnie dodać 0,6 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1); 0,5 cm³ żelatyny, 2 cm³ roztworu fenylofluoronu, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 20 min zmierzyć absorpcję roztworu przy długości fali 510 nm.

Na podstawie otrzymanych wyników pomiarów wykreślić krzywą wzorcową w układzie współrzędnych odkładając na osi odciętych stężenie cyny wyrażone w g/cm³, a na osi rzędnych odpowiadające im absorpcje.

5.4.4.5. Wykonanie oznaczania. 1 g próbki lub odpowiednio mniej przy wyższych zawartościach cyny umieścić w zlewce kwarcowej i rozpuścić w 5 cm³ 9n roztworu kwasu siarkowego przy słabym ogrzewaniu. Po rozpuszczeniu próbki dodać 15 cm³ wody dejonizowanej. 0,2 cm³ roztworu kwasu tioglikolowego, ogrzać do wrzenia i odstawić na 20 min. Ochłodzony roztwór przenieść do rozdzielacza, dodać 5 cm³ roztworu do ekstrakcji i ekstrahować w ciągu 1 min. Po rozdzieleniu się warstw, warstwę organiczną przelać do drugiego rozdzielacza, a warstwę wodną poddać jeszcze dwukrotnej ekstrakcji porcjami po 5 cm³ chloroformowego roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego. Połączone warstwy organiczne wytrząsać dwukrotnie roztworem do reekstrakcji porcjami po 2,5 cm³ w ciągu 1 min.

Warstwę organiczną odrzucić, a do połączonych warstw wodnych dodać 0,5 cm³ roztworu kwasu askorbinyowego. Zawartość rozdzielacza przenieść do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³, dodać 2,5 cm³ roztworu kwasu winowego, 2 krople fenoloftaleiny i zobojętnić amoniakiem. Po dodaniu 1,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i 1,2 cm³ roztworu żelatyny dodać 5 cm³ roztworu fenylofluoronu. Roztwór uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i po 20 min zmierzyć absorpcję roztworu względem ślepej próby prowadzonej równolegle z badaną próbką.

5.4.4.6. Obliczanie wyników. Zawartość cyny (X_1) obliczyć w ppm wg wzoru

$$X_1 = \frac{b \cdot V}{a} \cdot 100$$

w którym:

b — ilość cyny odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V — objętość roztworu badanego, cm³,

a — odważka próbki, g.

Obliczoną zawartość procentową przeliczyć na ppm (1 ppm = 1·10⁻⁴ %).

5.4.4.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać ±10%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.5.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w roztworze kwasu solnego, wytworzenie barwnego połączenia z rodankiem amonowym, wyekstrahowanie go alkoholem izoamylowym i pomiar absorpcji przy długości fali 495 nm.

5.4.5.2. Aparatura i naczynia

a) Spektrokolorymetr lub spektrofotometr.

b) Rozdzielacze kwarcowe pojemności 50 cm³.

c) Zlewki kwarcowe pojemności 50 cm³.

d) Kolby pomiarowe kwarcowe pojemności 10 cm³.

5.4.5.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83) cz.d.a. i roztwór 0,01n.

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

c) Kwas azotowy (1,40) sp.cz.

d) Rodanek amonowy cz.d.a. Roztwór oczyścić do żelaza trójwartościowego alkoholem izoamylowym, biorąc na 50 cm³ roztworu 1 cm³ alkoholu i wytrząsać pół minuty w rozdzielaczu. Po rozdzieleniu się warstw, odrzucić warstwę organiczną.

e) Alkohol izoamylowy cz.d.a.

f) Wzorcowe roztwory żelaza

Roztwór A: 0,6350 g krystalicznego siarczynu żelazowoamonowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg żelaza.

Roztwór B: 25 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić do kreski 0,01 roztworem kwasu siarkowego i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,1 mg żelaza.

Roztwór C: 25 cm³ roztworu B przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić do kreski 0,01 roztworem kwasu siarkowego i wymieszać.

1 cm³ roztworu C zawiera 0,001 mg żelaza.

Roztwór C sporządzić w dniu wykreślenia krzywej wzorcowej.

5.4.5.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do pięciu rozdzielaczy odmierzyć pipetą kolejno 0; 0,2; 0,3; 0,5; 0,8; 1 cm³ roztworu wzorcowego C żelaza. Dodać 1 cm³ roztworu rodanku amonowego i ekstrahować 5 cm³ alkoholu izoamylowego w ciągu pół minuty. Barwny ekstrakt przenieść do kolby pomiarowej pojemności 10 cm³ i uzupełnić do kreski alkoholem izoamylowym. Część roztworu przelać do kuwety odpowiedniej grubości i zmierzyć absorpcję przy długości fali 495 nm. Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową w układzie współrzędnych odkładając na osi odciętych stężenie żelaza wyrażone w g/cm³ i na osi rzędnych odpowiadające im absorpcje.

5.4.5.5. Wykonanie oznaczania. Wytrawić próbkę indu w 5 cm³ roztworu kwasu solnego (1+2) lekko ogrzewając. Kwas zlać i odrzucić, a wióry wypłukać w wodzie i następnie w alkoholu etylowym i wysuszyć. Odważyć 1 g wiórek, umieścić w zlewce kwarcowej i rozpuścić w 10 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1). Dodać kilka kropli kwasu azotowego i odparować roztwór do małej objętości. Po ochłodzeniu dodać 10 cm³ wody dejonizowanej, dodać 1 cm³ roztworu rodanku amonowego i ekstrahować 5 cm³ alkoholu izoamylowego. Ekstrakt przenieść do kolby pomiarowej pojemności 10 cm³, uzupełnić alkoholem izoamylowym do kreski i wymieszać. Część roztworu przenieść do kuwety odpowiedniej grubości i zmierzyć ekstynkcję przy długości fali 495 nm względem „ślepej próby” prowadzonej równolegle z próbką badaną.

5.4.5.6. Obliczanie wyników. Zawartość żelaza (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{b \cdot V}{a} \cdot 100$$

w którym:

b — ilość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V — objętość roztworu badanego, cm³,

a — odważka próbki, g.

Obliczoną zawartość procentową przeliczyć na ppm. (1 ppm = 1·10⁻⁴ %).

5.4.5.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać ±10%.

5.5. Pozostałe zanieczyszczenia. Zanieczyszczenia nie ujęte w tablicy 1 nie powinny być wykrywalne metodą bezpośredniej analizy spektralnej przy zastosowaniu następujących warunków:

— wielkość próbki — 40 mg,

- elektrody: dolna — anoda (SU-305),
 górna — katoda (SU-202),
- odległość między elektrodami — 3 mm,
- łuk prądu stałego: U-220V, I-7A,
- spektrograf (sp. ISP-28),
- oświetlenie szczeliny — trójsoczewkowe,
- czas naświetlania — 40 s,
- szerokość szczeliny spektrografu — 0,010 mm,
- klisza — Blau Rapid firmy ORWO,
- obróbka fotograficzna — wg 5.4.3.6.

5.6. Ocena wyników badań

5.6.1. Ocena sprawdzenia powierzchni. Wlewki, pręty, druty i granulki nie odpowiadające wymaganiom 3.1 należy uznać za niezgodne z wymaganiami normy.

5.6.2. Ocena sprawdzenia wymiarów. Wlewki, pręty, druty i granulki nie odpowiadające wymaganiom 3.2 należy uznać za niezgodne z wymaganiami normy.

5.6.3. Ocena sprawdzenia składu chemicznego. Jeżeli wynik analizy chemicznej nie odpowiada wymaganiom 3.3, partie wlewków, prętów, drutów i granulek należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

5.7. Zaświadczenie jakości. Do każdej partii wlewków, prętów, drutów i granulek dołącza się atest zawierający stwierdzenie zgodności z wymaganiami normy oraz co najmniej:

- a) nazwę wytwórcy,
- b) nazwę wyrobu,
- c) cechę materiału,
- d) numer partii,
- e) masę partii,
- f) numer normy,
- g) datę produkcji,
- h) wyniki analizy chemicznej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Wydanie 2 — stan aktualny: wrzesień 1987 — uwzględniono erratę (wydrukowaną w normie).