

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA	BN-77 0885-15
	Tantal Proszek	
		Grupa katalogowa III 58

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest proszek tantalu stosowany do produkcji kondensatorów z ciekłym elektrolitem.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od składu chemicznego i własności elektrycznych próbnych anod rozróżnia się trzy gatunki proszku tantalu: Ta1, Ta2, Ta3.

2.2. Przykład oznaczenia proszku tantal w gatunku Ta1:

PROSZEK TANTALU Ta1 BN-77/0885-15

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Proszek tantal powinien być barwy szarej i nie powinien zawierać obcych wtrąceń.

3.2. Skład chemiczny - wg tabl. 1.

3.5. Cechowanie. Do każdego jednostkowego opakowania proszku tantal należy przymocować przywieszkę zawierającą co najmniej:

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

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Proszek tantal należy pakować do słoików polietylenowych szczelnie zamykanych. Masa jednostkowego opakowania proszku powinna wynosić co najmniej 5 kg.

Jednostkowe opakowania w liczbie maksimum 10 sztuk należy umieścić w skrzynce drewnianej i uszczelnić ligniną dla

Tablica 1

Gatunek	Skład chemiczny, %										
	Składnik podstawowy Ta, min	Dopuszczalna zawartość zanieczyszczeń, max									
		Fe	Si	Cr	Ni	Mo	C	N	H	Nb	O
Ta1	99,5	0,006	0,002	0,002	0,004	0,006	0,005	0,0035	0,001	0,3	0,18
Ta2	99,3	0,007	0,003	0,003	0,004	0,007	0,005	0,0035	0,001	0,3	0,25
Ta3	99,2	0,01	0,005	0,004	0,005	0,01	0,005	0,0035	0,001	0,3	0,35

3.3. Średnia średnica ziarn proszku powinna wynosić 3 ± 10 µm.

3.4. Własności elektryczne próbnych anod - wg tabl. 2.

zabezpieczenia ich przed uszkodzeniem. Na każdej skrzynce należy umieścić przywieszkę zawierającą dane wg 3.5 a) ÷ e) oraz napis "Ostrożnie, nie rzucać".

Tablica 2

Gatunek	Temperatura spiekania	Pojemność µFU _f /g	Prąd upływu µA/g	Współczynnik $\frac{q}{\mu A/\mu F U_f \times 10^{-4}}$	Napięcie formowania V
Ta1	1850	≥ 2400	≤ 2,0	≤ 8,3	120
Ta2	1750	≥ 2500	≤ 1,7	≤ 6,8	75
Ta3	1650	≥ 3300	≤ 1,2	≤ 3,6	35

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
dnia 30 września 1977 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1978 poz. 17)

4.2. Przechowywanie. Proszek tantalu opakowany wg 4.1 należy przechowywać w czystych i suchych pomieszczeniach, wolnych od wilgoci oraz szkodliwych par i gazów,

4.3. Transport. Proszek tantalu należy przewozić w czystych i krytych środkach transportowych z zachowaniem obowiązujących przepisów w transporcie kolejowym lub samochodowym.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- spawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- spawdzenie składu chemicznego (3.2),
- spawdzenie średniej średnicy ziarn proszku (3.3),
- spawdzenie parametrów elektrycznych próbných anod (3.4).

5.2. Partia. Partię stanowi proszek tantalu jednego gatunku, otrzymany w jednym cyklu produkcyjnym. Masa partii powinna wynosić minimum 5 kg.

5.3. Pobieranie próbek

5.3.1. Średnia próbka laboratoryjna. Średnią próbkę laboratoryjną należy pobrać i przygotować zgodnie z PN-75/H-04936. Masa próbki powinna wynosić 130 g.

5.3.2. Próbki do sprawdzenia wyglądu zewnętrznego. Sprawdzeniu wyglądu zewnętrznego podlega cała średnia próbka laboratoryjna.

5.3.3. Próbki do sprawdzenia składu chemicznego i średniej średnicy ziarn należy pobrać w ilości 50 g ze średniej próbki laboratoryjnej.

5.3.4. Próbki do sprawdzenia własności elektrycznych próbných anod należy pobrać w ilości 80 g ze średniej próbki laboratoryjnej.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego przeprowadza się nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Spektrograficzne oznaczanie żelaza, krzemu, chromu, niklu i molibdenu

5.4.2.1. Zasada oznaczania. Przeprowadzenie próbki metalicznego tantalu w pięciotlenek tantalu i zmieszanie z grafitem zawierającym bufor spektroskopowy. Wzbudzenie widma wzorców i badanych próbek na przemian w łuku prądu zmiennego oraz rejestracja na płycie fotograficznej. Wykreślenie krzywych analitycznych dla poszczególnych pierwiastków na podstawie pomiarów fotometrycznych linii analitycznych w próbkach wzorcowych. Odczytanie z krzywych analitycznych zawartości oznaczanych pierwiastków w próbkach na podstawie pomiarów zacierzeń linii wykonanych w warunkach analitycznych dla próbek wzorcowych.

5.4.2.2. Aparatura i urządzenia – wg tabl. 3.

Tablica 3

Nazwa	Opis
Generator łuku prądu zmiennego	np. ABR-3
Aparatura spektralna	spektrograf siatkowy np. PGS-2
Wyłącznik czasowy	np. ZG-1
Piec elektryczny	muflowy
Moździerz	z węgliku wolframu
Parownica	platynowa
Spektroprojektor	np. SP-2
Mikrofotometr	np. MF-2

5.4.2.3. Materiały pomocnicze i odczynniki – wg tabl. 4.

Tablica 4

Nazwa	Opis
Dwutlenek krzemowy	sp. cz.
Tlenek żelazowy	sp. cz.
Trójtlenek chromowy	sp. cz.
Tlenek niklawy	sp. cz.
Chlorek sodowy	sp. cz.
Trójtlenek molibdenowy	sp. cz.
Tantal metaliczny	sp. cz.
Wywoływacz:	
Roztwór A	40 g hydrochinonu, 40 g pirosiarczuanu potasowego, 8 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³
Roztwór B	100 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³
Utrwalacz	400 g tiosiarczuanu sodowego, 26 g pirosiarczuanu potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³
Proszek grafitowy	np. SU-601 f-my Topolcany
Elektrody grafitowe	<u>dolna</u> – SU-305 o długości 30 mm, średnicy 6 mm i kraterze o wymiarach 4,5 x 4,5 mm <u>górna</u> – SU-202 o długości 30 mm, średnicy 6 mm
Płyty fotograficzne	np. Blau Hart firmy ORWO

5.4.2.4. Przygotowanie wzorców. Wzorce przygotować na osnowie pięciotlenku tantalu otrzymanego przez wyprżenie tantalu sp. cz. w piecu muflowym w ciągu 2 h w temperaturze 500°C. Otrzymany pięciotlenek tantalu nie może zawierać oznaczanych zanieczyszczeń. Wzorce sporządzić metodą kolejnych rozcieńczeń wg tabl. 5.

Tablica 5

Numer wzorca	Stężenie pierwiastka we wzorcach %	Sposób przygotowania wzorca
I	1	odważyć: 0,028 g Fe_2O_3 0,043 g SiO_2 0,030 g Cr_2O_3 0,026 g NiO 0,030 g MoO_3 1,843 g Ta_2O_5 dodać alkoholu etylowego i ucierać w moździerzu przez 30 min. Alkohol odparować pod promiennikiem
II	0,1	odważyć 1 g wzorca I, 9 g Ta_2O_5 i ucierać przez 30 min
III	0,03	odważyć 2,5 g wzorca II, 5 g Ta_2O_5 i ucierać przez 30 min
IV	0,01	odważyć 2,5 g wzorca III, 5 g Ta_2O_5 i ucierać przez 30 min
V	0,003	odważyć 2,5 g wzorca IV, 5 g Ta_2O_5 i ucierać przez 30 min
VI	0,001	odważyć 2,5 g wzorca V, 5 g Ta_2O_5 i ucierać przez 30 min

Otrzymane wzorce wymieszać kolejno z proszkiem grafitowym zawierającym chlorek sodowy (do 80 g proszku grafitowego SU-601 dodać 3,2 g NaCl) w stosunku 1:1.

5.4.2.5. Przygotowanie aparatury spektralnej. Aparaturę przygotować według parametrów podanych w tabl. 6.

Tablica 6

Warunki analityczne dla spektrografu PGS-2	
aparatura i jej parametry	określenie warunków
Zakres widma	220 ÷ 460 nm
Oświetlenie szczeliny	układ optyczny trójsoczewkowy
Przesłona	5
Położenie przesłony S10	1
Kąt skręcenia siatki α	+ 4, 48
Ustawienie kolimatora F	10, 6
Ustawienie skośne szczeliny φ	5, 1
Szerokość szczeliny	0,012 mm
Międzyelektrodowa przerwa analityczna	3 mm
Płyty fotograficzne	Blaui Hart firmy ORWO
Wzbudzenie widma	łuk prądu zmiennego 9 A
Czas przedpalania przy zamkniętej szczelinie	10 s
Czas naświetlania	41 s

cd. tabl. 6

Warunki analityczne dla spektrografu PGS-2	
aparatura i jej parametry	określenie warunków
Proces fotograficzny	roztwory A i B wywoływacza przygotowane wg 5.4.2.3 zmieszać z wodą w stosunku 1:1:4; temperatura kąpeli 19 ±0,5°C
Mikrofotometr	np. MF-2
Szerokość szczeliny	0,040 mm
Wysokość szczeliny	10 mm
Skala odczytów wychyleń galvanometru logarytmiczna uwzględniająca funkcję Seidla	W

5.4.2.6. Wykonanie oznaczania. Próbkę proszku tantalalu przeprowadzić w pięciotlenek tantalalu prażąc w piecu muflowym w temperaturze 500°C przez 2 h. Pięciotlenek tantalalu po dokładnym rozdrobnieniu w moździerzu zmieszać z proszkiem grafitowym w stosunku 1:1 i odważyć do elektrod 3 razy po 50 mg próbek i wzorców. Po przygotowaniu aparatury zgodnie z tabl. 6 założyć płytę fotograficzną do kasety spektrografu. 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 wzbudzić próbkę do świecenia załączając przez wyłącznik czasowy generator łuku na 51 s. Na płytę fotograficzną naświetlać na przemian trzykrotnie 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 swej powierzchni. Dla równomiernego mieszania roztworu wywoływacza należy kuwetę jednostajnie kołysać. Czas wywoływania powinien wynosić 45 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 bieżącej wody i wysuszyć. Podczas suszenia kliszy zwracać baczną uwagę na to, aby powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu. Następnie fotometrować za pomocą mikrofotometru zaczernienia linii spektralnych wg tabl. 7.

Tablica 7

Pierwiastek	Długość linii, nm
Fe	238, 20
Si	251, 61
Cr	283, 56
Ni	300, 24
Mo	319, 39

Pomiar zaczernienia linii rozpocząć po upływie około 15 min od chwili zapalenia się żarówki mikrofotometru. Dla każdego zarejestrowanego widma znaleźć zaczernienie linii

analitycznych oznaczanych pierwiastków i tła na skali W. Następnie sporządzić wykres na papierze jednostronnie logarytmicznym w układzie współrzędnych ΔW-Ig c, odkładając na osi odciętych logarytm stężenia pierwiastka w poszczególnych wzorcach w procentach, a na osi rzędnych wartości ΔW.

$$\Delta W = W_{linii\ anal} - W_{tla}$$

5.4.2.7. Obliczanie wyników. Z krzywych analitycznych odczytać na osi odciętych zawartości oznaczanych pierwiastków w procentach dla pięciotlenku tantalu. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną z trzech pojedynczych oznaczeń dla danej próbki. Otrzymany wynik pomnożony przez współczynnik przeliczeniowy Ta₂O₅/Ta = 1,2 daje zawartość pierwiastków w próbce metalicznego tantalu.

5.4.2.8. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 15%.

5.4.2.9. Precyzja metody - wg tabl. 8.

Tablica 8

Pierwiastek	Zawartość średnia %	Odchylenie standardowe S	Względne odchylenie standardowe V	Liczba oznaczeń
Fe	0,0022	1,98	9,0	25
Si	0,0021	1,68	8,0	25
Cr	0,0021	1,89	9,0	25
Mo	0,0097	6,59	6,8	15
Ni	0,0024	1,44	6,0	25

5.4.3. Oznaczanie zawartości niobu

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie fluorowodorowym. Ekstrakcyjne oddzielenie niobu od tantalu do roztworu na drodze stopienia z pirosiarczanem sodowym i rozpuszczenie stopu w winianie amonowym. Oznaczanie niobu w postaci potrójnego kompleksu niob-/4-2-pirydylazo-rezorcyna/-winian w środowisku 1N roztworu kwasu solnego.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) cz. d. a., roztwór 1N.
- b) Kwas siarkowy (1,84) cz. d. a., roztwór 1,2M.
- c) Cykloheksanon cz. d. a.
- d) Chloroform cz. d. a.
- e) Pirosiarczan sodowy, roztwór 8-procentowy.
- f) Winian amonowy, roztwór 8-procentowy.
- g) Roztwór EDTA, 0,025M: rozpuścić 4,65 g EDTA cz. d. a. w wodzie i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 500 cm³.
- h) Roztwór 4-2-pirydylazo-rezorcyny (PAR) 0,05-procentowy: odważyć 0,5 g PAR i rozpuścić w wodzie destylowanej z dodatkiem wodorotlenku sodowego w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą do kreski.
- i) Roztwory wzorcowe niobu:

Roztwór A. 0,1460 g pięciotlenku niobu stopić w kwarcowym tyglu z 4 g pirosiarczanu sodowego i 2 ÷ 3 cm³ stężonego kwasu siarkowego (1,84) w temperaturze 900°C. Stop rozpuścić na gorąco w 50 cm³ roztworu winianu amonowego i po ostudzeniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą. 1 cm³ roztworu zawiera 1 mg niobu.

Roztwór B. 1 cm³ roztworu A umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 10 mg niobu.

5.4.3.3. Aparatura i naczynia

- a) Spektrokolorymetr lub spektrofotometr.
- b) Rozdzielacze polietylenowe pojemności 100 cm³.
- c) Tygiel platynowy.
- d) Tygiel kwarcowy.

5.4.3.4. Wykonanie krzywej wzorcowej. Do 6 kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 i 5,0 cm³ wzorcowego roztworu B, następnie

dodać tyle roztworów pirosiarczanu sodowego i winianu amonowego (tabl. 9), aby ich zawartość z udziałem części odpipetowanej wynosiła po 400 mg w 50 cm³ roztworu.

Tablica 9

Pobrana objętość próbki badanej	Objętość roztworu pirosiarczanu sodowego	Objętość roztworu winianu amonowego
cm ³		
0,5	4,75	4,75
1,0	4,5	4,5
2,0	4,0	4,0
3,0	3,5	3,5
4,0	3,0	3,0
5,0	2,5	2,5
6,0	2,0	2,0
7,0	1,5	1,5
9,0	0,5	0,5
10,0	-	-

Następnie dodać 1N roztworu kwasu solnego do objętości 40 ÷ 45 cm³, 0,5 cm³ EDTA, 2 cm³ roztworu PAR i uzupełnić do kreski 1N roztworem kwasu solnego. Po upływie 1 h mierzyć absorpcję roztworu.

5.4.3.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,2 g próbki i rozpuścić w tyglu platynowym w 2 cm³ kwasu fluorowodorowego z dodatkiem kilku kropli kwasu azotowego, roztwór odparować do sucha, następnie rozpuścić w 0,5 cm³ stężonego kwasu fluorowodorowego. Dodać 25 cm³ 1,2M roztworu kwasu siarkowego, przenieść roztwór do rozdzielacza i ekstrahować za pomocą 20 cm³ cykloheksanonu w ciągu 1 min. Po rozdzieleniu się warstw, ekstrahować fazę wodną jeszcze 3-krotnie porcjami po 15 cm³ cykloheksanonu. Fazy organiczne przemyć 5 cm³ wody destylowanej, a wodę po przemyciu należy dołączyć do głównej fazy wodnej. Fazę wodną po przemyciu trzema porcjami chloroformu (po 10 cm³) odparować na łaźni wodnej do pojawienia się barwy brunatnej, a następnie mineralizować dodając około 2 cm³ stężonego kwasu siarkowego i kilka kropli stężonego kwasu azotowego. Mineralizację prowadzić do momentu, gdy roztwór przestanie brunatnieć, po czym odparować roztwór do sucha. Suchą pozostałość stopić z 1 g pirosiarczany sodowego w temperaturze około 900°C. Wystudzony stop rozpuścić w 50 cm³ roztworu winianu amonowego przy ogrzewaniu (do zagotowania). Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić wodą do kreski. Pobrać 2 ÷ 10 cm³ badanego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i dopełnić równymi objętościami roztworów pirosiarczany sodowego i winianu amonowego do 10 cm³ (tzn. gdy pobrano 5 cm³ analizowanej próbki, to należy dodać po 2,5 cm³ roztworów pirosiarczany sodowego i winianu amonowego). Do otrzymanego roztworu dodać 1N kwasu solnego do objętości 40 ÷ 45 cm³, 0,5 cm³ EDTA, 2 cm³ roztworu PAR i uzupełnić do kreski 1N roztworem kwasu solnego. Po upływie 1 h mierzyć absorpcję roztworu badanego i ślepej próbki prowadzonej równolegle przez cały tok analizy.

5.4.3.6. Obliczanie wyników. Zawartość niobu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b}{m} \cdot 100$$

w którym:

- b – ilość niobu odczytana z krzywej wzorcowej, g,
- m – odważka próbki odpowiadająca części roztworu pobranej do analizy, g.

5.4.3.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać 5%.

5.4.4. Oznaczanie zawartości tlenu

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Stopienie próbki z topnikiem w atmosferze azotu w piecu impulsowym. Oznaczanie tlenu w postaci dwutlenku węgla w mostku termistorowym aparatu RO-16.

5.4.4.2. Aparatura. Automatyczny analizator tlenu firmy Leco RO-16 z kompletnym wyposażeniem.

5.4.4.3. Wykonanie oznaczania. Aparat RO-16, recyrkulator, butlę z azotem ustawić i połączyć zgodnie z instrukcją obsługi. Włączyć elektronikę aparatu na 2 ÷ 3 h. Włączyć azot i ustawić jego ciśnienie robocze na reduktorze na wartość 0,26 MPa (2,7 kg/cm²). Sprawdzić elektronikę zgodnie z instrukcją obsługi. Włączyć recyrkulator i wykonać kalibrację aparatu za pomocą wzorców.

Uwaga! Nie otwierać pieca impulsowego, gdy płynie przez niego prąd.

Przygotować dwie odważki proszku tantalu po 1 g oraz 1 g topnika (beztlenowa miedź lub nikiel). Topnik umieścić w tygielku grafitowym, który należy umieścić w piecu impulsowym. Nacisnąć klawisz OUT GAS i odczekać aż lampka klawisza OUT GAS zapali się na zielono. Otworzyć piec impulsowy, wsypać przygotowaną odważkę, zamknąć piec, nacisnąć klawisz "RESET" i odczekać aż lampka klawisza OUT GAS zapali się na zielono. Nacisnąć klawisz ANALYZE, odczekać i odczytać wynik na woltomierzu cyfrowym. Otworzyć piec, usunąć tygiel i przystąpić do analizy kolejnej odważki.

5.4.4.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 10%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wodoru

5.4.5.1. Zasada oznaczania. Stopienie próbki z topnikiem w atmosferze argonu w piecu impulsowym. Oznaczanie wodoru znajdującego się w odważce tantalu w mostku termistorowym aparatu RH-1.

5.4.5.2. Aparatura. Automatyczny analizator wodoru firmy Leco RH-1 z kompletnym wyposażeniem.

5.4.5.3. Wykonanie oznaczania. Aparat RH-1, recyrkulator, butlę z argonem ustawić i połączyć zgodnie z instrukcją obsługi. Przed przystąpieniem do pracy włączyć elektronikę aparatu RH-1 na 2 ÷ 3 h. Włączyć argon i ustawić ciśnienie na reduktorze na wartość 0,26 MPa (2,7 kg/cm²). Sprawdzić elektronikę zgodnie z instrukcją obsługi. Włączyć recyrkulator i wykonać kalibrację aparatu za pomocą wzorców.

Uwaga! Nie wolno otwierać pieca impulsowego, gdy płynie przez niego prąd.

Przygotować dwie odważki proszku tantalu po 1,0 g i topnika 1,0 g (cyna metaliczna). Napętnić tygielki grafitowy topnikiem i umieścić w piecu impulsowym. Nacisnąć klawisz OUT GAS, odczekać aż lampka klawisza OUT GAS zapali się na zielono. Otworzyć piec impulsowy, wsypać przygotowaną odważkę proszku tantalu, zamknąć piec, nacisnąć klawisz RESET i odczekać aż lampka klawisza OUT GAS zapali się na zielono. Nacisnąć klawisz ANALYZE, odczekać i odczytać wynik na woltomierzu cyfrowym. Otworzyć piec, usunąć tygiel i przystąpić do analizy kolejnej odważki.

5.4.5.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż 10%.

5.4.6. Oznaczanie zawartości azotu

5.4.6.1. Zasada oznaczania. Stopienie próbki z topnikiem w atmosferze helu w piecu impulsowym. Oznaczanie azotu znajdującego się w odważce tantalu w mostku termistorowym aparatu TN-14.

5.4.6.2. Aparatura. Automatyczny analizator azotu TN-14 firmy Leco z kompletnym wyposażeniem.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Aparat TN-14, recyrkulator, butlę z helem ustawić i połączyć zgodnie z instrukcją obsługi. Przed przystąpieniem do pracy włączyć elektronikę aparatu TN-14 na 2 ÷ 3 h. Włączyć hel, ustawić ciśnienie robocze na reduktorze na wartość 0,26 MPa (2,7 kg/cm²). Sprawdzić elektronikę zgodnie z instrukcją obsługi. Włączyć recyrkulator i wykonać kalibrację aparatu za pomocą wzorców.

Uwaga! Nie wolno otwierać pieca impulsowego, gdy płynie przez niego prąd.

Przygotować dwie odważki proszku tantalu po 0,5 g i topnika 0,5 g (granulki miedzi). Napętnić tygielki grafitowy topnikiem i umieścić w piecu impulsowym. Nacisnąć klawisz OUT GAS, odczekać aż lampka klawisza OUT GAS zapali się na zielono. Otworzyć piec impulsowy, wsypać przygotowaną odważkę, zamknąć piec i nacisnąć klawisz RESET, odczekać aż lampka klawisza OUT GAS zapali się na zielono. Nacisnąć klawisz ANALYZE, odczekać i odczytać wynik na woltomierzu cyfrowym. Otworzyć piec, usunąć tygiel i przystąpić do analizy kolejnej odważki.

5.4.6.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż 10%.

5.4.7. Sprawdzenie zawartości węgla

5.4.7.1. Zasada oznaczania. Spalenie próbki w atmosferze tlenu w piecu indukcyjnym i oznaczanie węgla w postaci dwutlenku węgla w detektorze aparatu IR-12.

5.4.7.2. Aparatura. Automatyczny analizator węgla IR-12 firmy Leco z kompletnym wyposażeniem.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. Aparat IR-12, piec indukcyjny, butlę z tlenem i azotem ustawić i połączyć zgodnie z instrukcją obsługi. Przed przystąpieniem do pracy włączyć elektronikę aparatu IR-12 na 2 ÷ 3 h. Włączyć tlen, ustawić ciśnienie robocze na reduktorze na wartość 0,13 MPa (1,4 kg/cm²). Włączyć azot, ustawić ciśnienie robocze na reduktorze na wartość 0,069 MPa (0,7 kg/cm²). Sprawdzić elektronikę zgodnie z instrukcją obsługi. Włączyć piec indukcyjny i wykonać kalibrację aparatu za pomocą wzorców.

Uwaga! Nie wolno otwierać pieca indukcyjnego, gdy płynie przez niego prąd.

Przygotować dwie odważki proszku tantalu po 1,0 g i topnika 1,0 g (bezwęglowa miedź lub żelazo). Umieścić topnik i odważkę proszku w tygielku ceramicznym, który z kolei umieścić w piecu indukcyjnym. Nacisnąć klawisz ANALYZE, odczekać i odczytać wynik na woltomierzu cyfrowym. Otworzyć piec, usunąć tygiel i przystąpić do analizy kolejnej odważki.

5.4.7.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż 10%.

5.4.8. Sprawdzenie średniej średnicy ziarn należy przeprowadzać wg PN-76/H-04944.

5.4.9. Sprawdzenie własności elektrycznych próbných anod

5.4.9.1. Zasada pomiaru. Wykonanie próbných anod z partii proszku tantalu i zmierzenie ich charakterystycznych parametrów tj. prądu upływu i pojemności.

5.4.9.2. Aparatura i urządzenia

- Piec tantalowy próżniowy np. MOV-3.
- Piec z regulatorem temperatury w zakresie od 20 do 100°C.
- Zgrzewarka punktowa małej mocy.
- Prasa z regulowanym ciśnieniem.
- Matryca do elektrod wg rysunku.
- Tygle tantalowe.
- Zasilacz np. P 314.
- Mostek pomiarowy do pomiaru upływu prądu i pojemności np. E 301.
- Suszarka z regulatorem temperatury od 0 do 200°C.
- Dystansownik do prasowania.
- Sito o boku oczka 100 μm.
- Naczynka kwarcowe do formowania anod.

5.4.9.3. Odczynniki i materiały pomocnicze

- Blacha srebrna grubości 0,5 mm, palladowana.
- Drut tantalowy o średnicy 0,8 mm.
- Paski folii tantalowej grubości 0,1 mm i szerokości 3 mm.
- Kalafonia balsamiczna gatunku N.
- Terpentyna balsamiczna.
- Kwas ortofosforowy cz. d. a., roztwory 10-procentowy i 0,01-procentowy.

5.4.9.4. Wykonanie próbných anod tantalowych. Kalafonię rozpuścić w terpentynie w stosunku 1:1 części wagowych. Otrzymany roztwór w ilości 3 g dokładnie wymieszać z 80 g proszku tantalu prętem tantalowym w tygielku tantalowym. Mieszaninę suszyć w temperaturze 70°C przez 8 h. Suchą mieszaninę proszku tantalu z kalafonią przetrzeć przez sito. Odważyć na wadze analitycznej jednogramowe

odważki mieszaniny i wsypać kolejno do matrycy z włożonym doprowadzeniem z drutu tantalowego (rysunek). Matrycę założyć na prasę i prasować anody do gęstości 8 g/cm^3 . Po sprasowaniu anody umieścić w tyglu tantalowym i włożyć do pieca. W momencie gdy próżnia osiągnie $66,66 \text{ MPa min. } (5 \times 10^{-4} \text{ Tr})$ włączyć grzanie uzyskując (przy szybkości wzrostu temperatury 500°C/h) temperaturę spiekania wg tabl. 2. W tej temperaturze spiekać anody 30 min, a potem utrzymując w czasie całego procesu próżnię minimum $66,66 \text{ MPa } (5 \times 10^{-4} \text{ Tr})$. Po wyjęciu zgrzać do nich doprowadzenia z pasków folii tantalowej i przystąpić do formowania. Formowanie prowadzić w 0,01-procentowym roztworze kwasu ortofosforowego w temperaturze 90°C w naczyniu kwarcowym. Anody po 20 sztuk formować prądem 20 mA/g do osiągnięcia napięcia formowania 35 V , 75 V , 120 V . Po osiągnięciu napięcia formowania, formować jeszcze 8 h. Zaformowane anody płukać 1 h przez wytrząsanie w 1 dm^3 wody dejonizowanej, po czym suszyć przez 2 h w temperaturze 150°C .

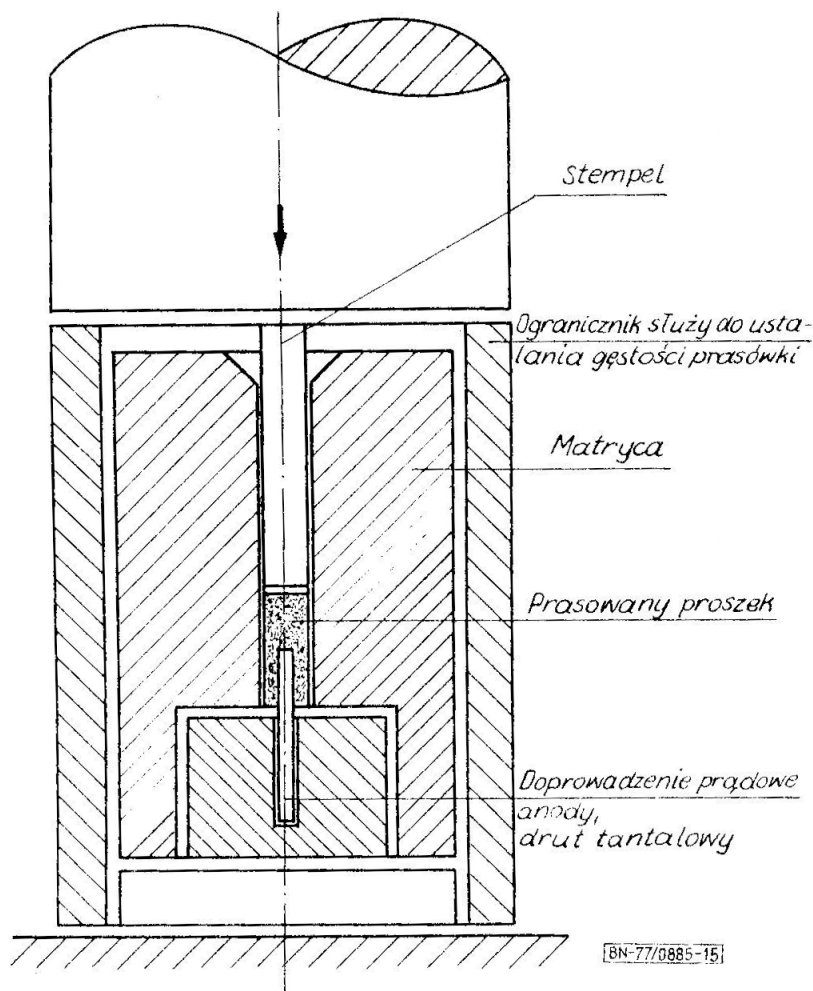
5.4.9.5. Pomiar upływu prądu i pojemności próbných anod. Do naczynka kwarcowego wstawić katodę w kształcie poboczniczy cylindra, poczerwionej od wewnątrz palladem.

Wlać do naczynka 10-procentowy roztwór kwasu ortofosforowego i zanurzyć w nim anodę. Połączyć anodę z wyjściem + i katodę z wyjściem - mostka pomiarowego. Ustalić odpowiednio napięcie pomiarowe 16 V dla anod formowanych przy napięciu 35 V , 50 V dla anod formowanych przy napięciu 75 V , 90 V dla anod formowanych przy napięciu 120 V . Pojemność anody oraz prąd upływu mierzyć zgodnie z instrukcją obsługi mostka do pomiarów kondensatorów elektrolitycznych (składowa zmienna napięcia pomiarowego $100 \text{ Hz} - 0,5 \text{ V}$).

5.4.9.6. Wynik pomiaru. Z wyników pomiaru upływu prądu i pojemności uzyskanych dla 20 anod przy danym napięciu pomiarowym, wynik dla jednej anody najbardziej odbiegający od średniej arytmetycznej pozostałych można pomiąć. Z pozostałych 19 wyników obliczyć średnią arytmetyczną.

5.5. Ocena wyników badań. Jeżeli proszek tantalu nie spełnia chociażby jednego z wymagań 3.1; 3.2; 3.3 i 3.4, partię proszku należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

5.6. Atest. Do każdej partii proszku należy dołączyć atest wg BN-74/0809-01 p. 2.2.



Schemat prasowania anod

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metali Nie-
żelaznych, Gliwice.

2. Normy związane
PN-75/H-04936 Metalurgia proszków. Wytyczne pobiera-
nia i przygotowania próbek
PN-76/H-04944 Metalurgia proszków. Oznaczanie śred-
niej średnicy cząstek metodą przepuszczalności
BN-74/0809-01 Metale nieżelazne. Zaświadczenie jakości
i atest

3. Dokumenty międzynarodowe i normy zagraniczne
RWPG PC 1344-68 Порошки металлические. Порошок
танталовый. Марки и технические требования
BRL BDS 7405-69 Праговa металлы. Праг танталов

4. Symbol wg SWW: - 0541-29

5. Autorzy projektu normy - mgr inż. Władysław Szpon-
der, mgr Zofia Sokołowska, dr Czesław Sokołowski - Za-
kład Doświadczalny przy Hucie Aluminium w Skawinie.