

Spektrograficzna metoda
oznaczania zanieczyszczeń
w cynku rafinowanym1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest spektrograficzna metoda oznaczania zawartości ołowiu, kadmu, żelaza, miedzi i cyny w cynku rafinowanym Raf 1 Raf1 wg PN-67/H-82200 oraz RafW - Zn 98,7 W i RafW - 98,5 W wg BN-69/0851-03.

1.2. Zakres stosowania metody podano w tabl. 1.

Tablica 1

Oznaczany pierwiastek	Zakres stosowania metody przy zawartości pierwiastka, %
ołów	od 0,1 do 1,6
kadm	od 0,008 do 0,3
żelazo	od 0,001 do 0,06
miedź	od 0,008 do 0,3
cyna	od 0,0008 do 0,2

1.3. Normy związane

PN-67/H-82200 Cynk

BN-69/0851-03 Cynk wtórny

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Wzbudzenie widm wzorców i próbek w łuku prądu zmiennego oraz rejestracja na płycie fotograficznej. Wykreślenie krzywych analitycznych dla poszczególnych pierwiastków w oparciu o pomiary fotometryczne zaczerpień linii analitycznych w próbkach wzorcowych.

Odczytanie z krzywych analitycznych zawartości procentowych oznaczanych zanieczyszczeń w badanych próbkach na podstawie pomiarów zaczerpień linii, wykonanych w warunkach analogicznych do próbek wzorcowych.

2.2. Aparatura i urządzenia

- Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji.
- Trójstopniowy osłabiacz platynowy o przepuszczalności światła 10%, 50% i 100%.
- Generator łuku prądu przemiennego.
- Mikrofotometr nierejestrujący.
- Urządzenie do obróbki wzorców i próbek badanych.

f) Urządzenie do wywoływania i utrwalania płyt fotograficznych.

2.3. Roztwory i materiały pomocnicze

a) Wywoływacz:

roztwór A - 40 g hydrochinonu, 40 g pirosiarczynu potasowego i 8 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³;

roztwór B - 100 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 1 dm³.

b) Utrwalacz uniwersalny, kwaśny: 400 g tiosiarczynu potasowego i 25 g pirosiarczynu potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm³.

c) Elektrody z węgla spektralnie czystego o średnicy 5 ÷ 6 mm i długości około 30 mm, zatoczone jednostronnie w stożek o kącie wierzchołkowym 60°.

d) Płyty fotograficzne twarde ORWO WM-3, 9×24cm lub inne o podobnej twardości.

e) Wzorce metaliczne w postaci prętów o średnicy 10 mm i długości 100 mm, zatoczone w stożek o kącie wierzchołkowym 120°. Zakres zawartości oznaczanych zanieczyszczeń objęty serią wzorców powinien odpowiadać co najmniej zakresowi analitycznemu metody spektrograficznej, podanemu w 1.1. Seria powinna zawierać co najmniej trzy wzorce.

2.4. Przygotowanie próbek

2.4.1. Końce wzorców przeznaczonych do analizy zatoczyć na tokarce w stożek o kącie wierzchołkowym 120°. Pręt wzorca lub próbki stanowi elektrodę dolną. Górną elektrodą jest pręt z węgla spektralnie czystego o kształcie podanym w 2.3 c). Odległość między elektrodami powinna wynosić 3 mm.

2.4.2. Końce próbek badanych obrobić jak w 2.4.1.

2.5. Warunki wzbudzania i rejestracja widm. Szerokość szczeliny spektrografu ustalić na 0,02 mm. Na szczelinę nałożyć trójstopniowy osłabiacz platynowy. W kasie spektrografu umieścić płytę fotograficzną. Włączyć w obwód spektrografu łuk prądu.

Instytut Metali Nieżelaznych

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych „Metale” dnia 31 grudnia 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1972 r.

(Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 118)

du zmiennego o natężeniu 8 A. Okres przepalania ustalić na 10 s.

Wzbudzanie widma należy rejestrować w ciągu 50 s. Na płycie wykonać w identycznych warunkach po dwa zdjęcia wzorców i po trzy zdjęcia analizowanych próbek.

Przed każdorazowym wzbudzaniem widma powierzchnie czynne próbek i wzorców należy obrabiać na tokarce.

2.6. Obróbka fotograficzna płyt. Roztwory A i B wywoływacza mieszać z wodą destylowaną w stosunku 1:1:4. Czas wywoływania powinien wynosić 75 s, a temperatura wywoływacza $19^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Po przemyciu wodą płytę utrwalić, a następnie starannie wypłukać w bieżącej wodzie w ciągu około 30 minut.

2.7. Pomiary fotometryczne. Szerokość szczeliny mikrofotometru ustawić na 0,30 mm, a wysokość na 15 mm. Pomiarów zaczernień dokonywać na skali logarytmicznej. Fotometrować pary analityczne wg tabl. 2.

Tablica 2

Pierwiastek	Długość linii		Stopień osłabiacza %	Wzorec wewnętrzny	Długość linii		Stopień osłabiacza
	Å	nm			Å	nm	
Pb	2823,2	282,32	50	Zn	2670,5	267,05	50
Cd	3261,1	326,11	50	Zn	3075,9	307,59	10
Fe	2383,1	238,31	100	Zn	2670,5	267,05	50
Fe	2966,9	296,69	100	Zn	3075,9	307,59	10
Cu	3247,5	324,75	10	Zn	3075,9	307,59	10
Sn	2839,9	283,99	50	Zn	2670,5	267,05	50

2.8. Obliczanie wyników. Dla każdego widma obliczyć różnicę zaczernień linii oznaczanych pierwiastków oraz odpowiadających im linii cynku jako wzorca wewnętrznego według wzoru:

$$\Delta S = S_a - S_w$$

gdzie:

ΔS - różnica zaczernień linii oznaczanego pierwiastka i linii wzorca wewnętrznego,

S_a - zaczernienie linii analitycznej pierwiastka oznaczanego,

S_w - zaczernienie linii analitycznej cynku.

Na podstawie znanego składu chemicznego wzorców oraz obliczonych dla nich różnic zaczernień ΔS wykreślić krzywe analityczne, odkładając na osi rzędnych logarytmy zawartości procentowych danego składnika wzorcowego, a na osi odciętych odpowiadające im ΔS . Z otrzymanych krzywych odczytać logarytmy procentowych zawartości oznaczanych pierwiastków, a następnie obliczyć ich zawartości procentowe.

W przypadku stosowania siatek jednostronnie logarytmicznych na osi centymetrowej odłożyć wartości ΔS , a na osi logarytmicznej zawartości procentowe pierwiastków we wzorcach.

Odczytana wartość z wykresu jest wynikiem analizy w procentach.

2.9. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać:

0,0002% dla zawartości zanieczyszczeń 0,001%.

0,002% dla zawartości zanieczyszczeń 0,01%

0,01% dla zawartości zanieczyszczeń 0,1%

0,10% dla zawartości zanieczyszczeń 1,6%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/0858-03

Odpowiedniki w normach zagranicznych

USA ASTM E 27-64 Spectrochemical analysis of zinc base alloys and highgrade zinc by the solution residue d.c. arc technique