

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

86128

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

MKP G01n 33/20

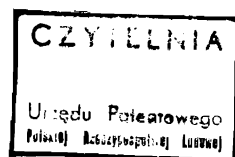
Zgłoszono: 01.07.74 (P. 172377)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Int. Cl.<sup>2</sup> G01N 33/20

Zgłoszenie ogłoszono: 02.06.75

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1979



Twórcy wynalazku: Andrzej Bydałek, Ferdynand Romankiewicz, Tadeusz Włczyński

Uprawniony z patentu : Wyższa Szkoła Inżynierska im. J. Gagarina,  
Zielona Góra (Polska)

## Sposób oznaczania stałych wtrąceń w stopach niskotopliwych

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania zanieczyszczeń tlenkowych, wtrąceń żużliwych i innych wysokotopliwych faz w stopach niskotopliwych, zwłaszcza w cynku i jego stopach.

Znane dotychczas sposoby oznaczania stałych zanieczyszczeń w stopach metali nieżelaznych tzw. metoda boraksową polegającą na ekstrakcji tych zanieczyszczeń przez roztopiony boraks.

Znana jest również metoda oparta na ekstrakcji zanieczyszczeń przez glicerynę, stosowana do oznaczania stałych wtrąceń w stopach niskotopliwych.

Sposoby te posiadają szereg wad i niedogodności wykluczających możliwości ich stosowania do stopów o temperaturach topnienia powyżej 250°C, zwłaszcza do cynku i jego stopów. Użycie do tego celu metody glicerynowej ograniczone jest z jednej strony znacznie niższą temperaturą wrzenia gliceryny od temperatury topnienia stopów cynku, z drugiej zaś trudnością doboru dodatków stopowych obniżających temperaturę topnienia tych stopów do stanu umożliwiającego ekstrakcję zanieczyszczeń w glicerynie. Użycie do tego celu bizmutu, cyny jak również innych metali nie zapewnia możliwości prawidłowego dokonywania prób, gdyż cynk tworzy z nimi niskotopliwe eutektyki jedynie przy bardzo małej jego zawartości. Stosowanie zaś metody boraksowej jest niecelowe z uwagi na konieczność prowadzenia badań w wysokiej temperaturze, przekraczającej 950°C. W tej temperaturze występują duże straty cynku spowodowane parowaniem. Równocześnie ze względu na duże powinowactwo chemiczne cynku do tlenu i utleniający charakter boraksu występują ubytki czystego cynku powodujące duży błąd oznaczenia.

Znany jest również sposób oceny zawartości wtrąceń w stopach cynku metodą metalograficzną. Wiąże się on jednak z trudnym i bardzo pracochłonnym procesem przygotowywania złądów metalograficznych, pozwalając jedynie na subiektywną ocenę wybranego w płaszczyźnie złądu miejsca próbki. Jest to metoda porównawcza, która nie daje możliwości bezwzględnej oceny ilości wtrąceń.

Sposób będący przedmiotem wynalazku umożliwia ilościowe oznaczanie stałych wtrąceń w cynku i jego stopach w krótkim czasie i z dużą dokładnością przy zapewnieniu powtarzalności wyników.

Istota wynalazku polega na tym, że dokładnie zważoną próbkę badanego stopu przetapia się w topniku, który stanowi potrójna eutektyka soli stopionych ze sobą w ściśle określonych proporcjach. Przetapianie próbki

odbywa się korzystnie w temperaturze 500°C w czasie 5 minut, przy równoczesnym mieszaniu roztopionej mieszaniny metalu i soli w stanie ciekłym za pomocą kwarcowego pręta. Następnie ochładza się próbkę wraz z topnikiem do temperatury otoczenia, po czym wypłukuje się próbkę metalu z zakrzepniętej eutektyki soli ciepłą wodą, przemywa w czterochlorku węgla lub w alkoholu, suszy i waży. Próbkę przetapia się w opisany sposób wielokrotnie aż do zlikwidowania ubytku jej masy, co świadczy o całkowitym usunięciu stałych wtrąceń. Sposób oznaczania stałych wtrąceń w stopach niskotopliwych według wynalazku opisany jest bliżej w przykładzie jego wykonania.

Mieszanie bezwodnych soli o składzie wagowym: 52% KCl, 39% LiCl i 9% NaCl wsypuje się w ilości 50 g do porcelanowego tygielka o pojemności 70 cm<sup>3</sup> umieszczonego pod wyciągiem po czym podgrzewa się mieszaninę do roztopienia soli i przegrzewa stopione sole do temperatury 600°C, przy której następuje usunięcie wilgoci związanej chemicznie. Topnik utrzymuje się w tej temperaturze przez czas około 10 minut. Następnie wyłącza się ogrzewanie i ochładza topnik do temperatury 550°C. Równocześnie próbkę stopu Z41 w ilości około 15 g oczyszczonego z warstwy tlenków na powierzchni odtłuszcza się w alkoholu etylowym lub czterochlorku węgla, suszy i waży z dokładnością do 0,0002 g po czym ogrzewa się wstępnie nad topnikiem i umieszcza na dnie tygielka. Po osiągnięciu przez topnik temperatury 500°C włącza się ogrzewanie tygielka a po roztopieniu próbki miesza się metal z topnikiem za pomocą kwarcowej bagietki przez okres 5 minut. Następnie ochładza się próbkę z topnikiem do temperatury otoczenia, po czym wypłukuje się ją z zakrzepniętej eutektyki soli wodą o temperaturze nie przekraczającej 50°C, przemywa czterochlorkiem węgla lub alkoholem, suszy i waży. Przetapianie próbki opisany sposób powtarza się do uzyskania ubytku masy próbki, który dla czystego cynku wynosi około 0,005 g zaś dla stopów cynku około 0,012 g. Ten ubytek masy jest spowodowany utlenianiem próbki po wyjęciu z topnika, szczególnie podczas suszenia. Różnica masy próbki przed pierwszą i po ostatniej ekstrakcji w odniesieniu do jednostkowej masy próbki wyjściowej określa procentową zawartość stałych wtrąceń.

Sposób według wynalazku pozwala na wykorzystanie go do analizowania zanieczyszczeń typu stałych wtrąceń również w innych stopach niskotopliwych, które nie zawierają w swoim składzie pierwiastków aktywniejszych do chloru od litu, potasu i sodu.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania stałych wtrąceń w stopach niskotopliwych, zwłaszcza w cynku i jego stopach,, z n a m i e n n y t y m, że próbkę stopu, odtłuszczone i dokładnie zważoną, zanurza się w zawierającym wagowo: 38–52% KCl, 53–39% LiCl i 9% NaCl topniku roztopionym uprzednio i przegrzanym do temperatury 600°C i korzystnie po okresie 10 minut oziębionym korzystnie do temperatury 550°C w której do topnika wkłada się próbkę badanego stopu zaś po jej roztopieniu miesza się wraz z solą przez okres około 5 minut za pomocą kwarcowej bagietki przy zachowaniu temperatury topnika korzystnie równej 500°C, po czym próbkę ochładza się do temperatury otoczenia i wypłukuje z zakrzepniętego topnika wodą o temperaturze nie przekraczającej 50°C przemywa alkoholem lub czterochlorkiem węgla, suszy i waży.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że ekstrakcję zanieczyszczeń powtarza się do momentu obniżenia się ubytków masy próbki do 0,005 g dla czystego cynku i 0,012 g dla jego stopów.