

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

263378

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 33/20

(22) Prihlášené 29 04 87

(21) PV 3035-87.R

(40) Zverejnené 16 09 88

(45) Vydané 14 07 89

(75)

Autor vynálezu

NUTTER ALEXANDER ing., KOŠICE

(54) **Spôsob rozkladu vzoriek ocelí najmä na stanovenie celkového obsahu hliníka**

Spôsob rozkladu vzoriek ocelí najmä na stanovenie celkového obsahu hliníka metódou atómovej absorpčnej spektrometrie a spektrofotometrickými metódami, podľa riešenia spočíva v tom, že sa vzorka ocele v hermeticky uzavrenom priestore rozloží pôsobením kyseliny fluorovodíkovej, kyseliny dusičnej a kyseliny chlorovodíkovej v pomere 1:0,2:2 až 1:0,5:4 objemových dielov pri teplote 100 až 200 °C počas 5 až 90 minút.

Uvedené nedostatky odstraňuje spôsob rozkladu vzoriek ocelí najmä na stanovenie celkového obsahu hliníka podľa vynálezu. Podstata vynálezu spočíva v tom, že vzorka ocele sa dá do tlakovej nádoby, do ktorej sa pridá zmes kyselín fluorovodíkovej o koncentrácii 40 % hmot., dusičnej o koncentrácii 65,8 % hmot. a chlorovodíkovej o koncentrácii 36 % hmot. a to pri ich vzájomnom pomere 1:0,2:2 až 1:0,5:4 objemových dielov. Nakoniec sa nádoba hermeticky uzavrie a zahrieva sa pri teplote 100 až 200 °C po dobu 5 až 90 minút.

Použitím spôsobu rozkladu ocelí podľa vynálezu sa vzorka rozloží jedinou operáciou, pri ktorej do roztoku prejdú kvantitatívne všetky oceli prítomné formy hliníka, t.j. kovový hliník, nitridický viazaný hliník a oxidicky viazaný hliník. Postup rozkladu vzoriek sa zjednoduší a skráti sa jeho trvanie. Vylúči sa potreba používania nádob z drahých kovov, najmä platinových. Zníži sa možnosť znečistenia roztoku a odstránia sa ťažkosti spôsobené veľkou koncentráciou solí, najmä pri používaní metódy atómovej absorpčnej spektrometrie. Pritom presnosť a správnosť stanovení celkového obsahu hliníka po rozklade vzoriek spôsobom podľa vynálezu je lepšia ako určujú požiadavky štátnych a medzinárodných noriem.

Príklady uskutočnenia vynálezu:

Pr í k l a d 1

Do tlakovej nádoby z teflonu sa dá navážka 1 gramu vzorky, pridá 15 ml zmesi kyseliny fluorovodíkovej 40 % hmot., kyseliny dusičnej 65 % hmot. a kyseliny chlorovodíkovej 36 % hmot. v pomere 1:1:3 objemových dielov. Nádoba sa uzavrie s víčkom a vloží spolu s upínacím zariadením do sušiarne, vyhriatej na 150 °C. Po 40 minútach sa zariadenie vyberie, rýchlo ochladí pod prúdom vody a rozoberie. Do tlakovej nádoby z teflonu sa pridá 35 ml roztoku kyseliny boritej s koncentráciou 4 % hmot. Obsah nádoby sa prevedie do kadičky a odparí na potrebný objem. Potom sa obsah kadičky prevedie do odmernej baňky 50 ml a doplní vodou po značku. Takto pripravený roztok sa použije na stanovenie celkového obsahu hliníka v oceli metódou atómovej absorpčnej spektrofotometrie.

Pr í k l a d 2

Do tlakovej nádoby z teflonu sa dá navážka 1 gramu vzorky, pridá sa 20 ml zmesi kyseliny fluorovodíkovej 40 % hmot., kyseliny dusičnej 65 % hmot. a kyseliny chlorovodíkovej 36 % hmot. v pomere 1:0,25:0,75 objemových dielov. Nádoba sa uzavrie s víčkom a vloží spolu s upínacím zariadením do sušiarne, vyhriatej na 140 °C. Po 45 minútach sa zariadenie vyberie, rýchlo ochladí pod prúdom vody a rozoberie. Do tlakovej nádoby z teflonu sa pridá 50 ml roztoku kyseliny boritej s koncentráciou 4 % hmot. Ďalej sa postupuje ako v príklade 1.

Pr í k l a d 3

Do tlakovej nádoby z teflonu sa dá navážka 1 gramu vzorky, pridá sa 20 ml zmesi kyseliny fluorovodíkovej 40 % hmot., kyseliny dusičnej 65 % hmot. a kyseliny chlorovodíkovej 36 % hmot. v pomere 1:2:4 objemových dielov. Nádoba sa uzavrie s víčkom a vloží spolu s upínacím zariadením do sušiarne, vyhriatej na 160 °C. Po 30 minútach sa zariadenie vyberie, rýchlo ochladí pod prúdom vody a rozoberie. Do tlakovej nádoby z teflonu sa pridá 20 ml roztoku kyseliny boritej s koncentráciou 4 % hmot. Ďalej sa postupuje ako v príklade 1.

Presnosť a správnosť výsledkov analýz po rozklade vzoriek podľa vynálezu je lepšia ako určujú požiadavky štátnych a medzinárodných noriem na stanovenie celkového obsahu hliníka v oceli. Priemerné rozpätie paralelných stanovení $\bar{R}$, vypočítané z analýz 16 vzoriek je 0,0015 % hliníka pre obsahy do 0,15 %. Hodnoty Studentovho kritéria t_k , vypočítané na základe analýz 6 vzoriek s atestovanými obsahmi hliníka sú menšie ako kritická hodnota $t_k = 12,706$ pre 2 paralelné stanovenia a pravdepodobnosť 95 %. Výsledky metaní na 6 vzorkách sú v prílohe.

Vynález je možné využívať vo všetkých chemických laboratóriách zaoberajúcich sa analýzou technického železa, najmä ocelí, predovšetkým v hutníckych a strojárskych podnikoch, a to nie len na stanovenie celkového obsahu hliníka, ale aj ďalších prvkov, ktoré sa vyskytujú v oceli vo forme v kyselinách nerozložiteľnej, napr. siričanu bez osobitných úprav alebo operácií.

Príloha 1

Výsledky stanovenia obsahu hliníka v štandardných vzorkách ocelí

Číslo vz.	Označenie a pôvod štandardnej vzorky	Obsah Al v %				Rozpätie paralelných stanovení R v %	Vypočítaná hodnota Studentovho kritéria t
		atestovaný dľa RV		stanovený			
		1	2	3	4		
1	ISIJ 174/2 Japonsko	0,034	0,039	0,039	0,039 0	0,000	3,58
2	EURO 076-2 Európske spoloč.	0,031 6	0,034	0,033	0,033 5	0,001	3,64
3	ISIJ 171/2 Japonsko	0,049	0,046	0,046	0,046 0	0,000	5,78
4	ISIJ 169/2 Japonsko	0,053	0,050	0,050	0,050 0	0,000	5,78
5	BCS 459 V. Británia	0,068	0,070	0,069	0,069 5	0,001	2,87
6	BCS 322 V. Británia	0,093	0,088	0,085	0,086 5	0,003	12,45

$$t_k = \frac{|\bar{x} - \mu|}{s} \cdot \sqrt{n}$$

t_k - Studentova charakteristika (pre $n = 2$ a pravdepod. 95 %
 $t_k = 12,706$)

x - priemerná stanovená hodnota obsahu prvku v %

$$s = k_n \cdot \bar{R}$$

μ - atestovaná (správna) hodnota obsahu prvku v %

n - počet opakovaných stanovení

s - smerodatná odchýlka

k_n - pre 2 stanovenie = 0,886

$$\bar{R} = \frac{1}{k} \sum_{j=1}^k R_j$$

$\bar{R}$ - priemerné rozpätie

k - počet analyzovaných vzoriek

P R E D M E T V Y N Á Ľ E Z U

Spôsob rozkladu vzoriek ocelí najmä na stanovenie celkového obsahu hliníka, vyznačujúci sa tým, že vzorka ocele sa vloží do tlakovej nádoby, do ktorej sa pridá zmes kyseliny fluorovodíkovej o koncentrácii 40 % hmot., kyseliny dusičnej o koncentrácii 65 % hmot. a kyseliny chlorovodíkovej o koncentrácii 36 % hmot. a to pri ich vzájomnom pomere 1:0,2:2 až 1:0,5:4 objemových dielov, na čo sa tlaková nádoba hermeticky uzavrie a zahrieva pri teplote 100 až 200 °C po dobu 5 až 90 minút.