



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 23.III.1966 (P 113 635)

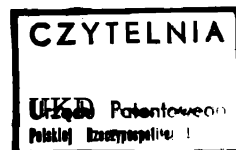
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XII.1967

Kl. 42 1, 3/08

MKP G 01 n

27/62



Współtwórcy wynalazku: mgr Wojciech Jaxa-Bykowski, Ryszard Masiak
Właściciel patentu: Zakłady Wytwórcze Lamp Elektrycznych im. Róży
Luksemburg, Warszawa (Polska)

**Sposób spektralnej ilościowej analizy metali lotnych w stopach
niklowo-manganowych**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania śladowych zawartości metali lotnych, na przykład magnezu, ołowiu, cynku, bizmutu, kadmu, arsenu i antymonu w stopach niklowo-manganowych stosowanych na przykład w przemyśle elektronicznym.

Ilościowe oznaczenie zawartości metali lotnych w stopach niklowo-manganowych, stosowanych na przykład do wyrobu lamp elektronowych ma bardzo istotne znaczenie, gdyż nawet znikome zawartości tych zanieczyszczeń wpływają szkodliwie na pracę tych lamp, lub wręcz ją uniemożliwiają.

Dotychczas stosowano następujące spektrograficzne sposoby oznaczania zawartości metali lotnych w stopach niklowo-manganowych: analiza próbek w postaci litych elektrod, analiza proszkowa i analiza roztworowa. Metoda analizy prób w postaci litych elektrod wymaga wytoczenia elektrod w postaci prętów o średnicy kilku milimetrów i wzbudzenia ich przy pomocy odpowiedniego wzbudzalnika celem otrzymania widma. Dużą trudnością w tym sposobie jest wytopienie wzorców o wymaganym składzie zanieczyszczeń. Ponadto wytapianie wzorców i ich chemiczna analiza jest bardzo pracochłonna.

Sposób roztworowy ze względu na znacznie mniejszą od wymaganej wykrywalność oznaczanych metali lotnych w danym przypadku nie znajduje zastosowania.

Sposób proszkowy bazuje na próbkach przygo-

2

towanych uprzednio chemicznie przez przeprowadzenie metalu w tlenek. Przygotowanie próbki do analizy polega na rozpuszczeniu próbki metalicznej w odpowiednim rozpuszczalniku, odparowaniu do sucha, wyprażeniu suchej pozostałości w piecu w odpowiednio wysokiej temperaturze, wskutek czego podstawowe składniki stopu oraz jego zanieczyszczenia metaliczne przechodzą w tlenki metali, które poddaje się wzbudzeniu na pomocniczych, odpowiednio profilowanych elektrodach węglowych. W celu podwyższenia wykrywalności metali lotnych w stopach niklowo-manganowych stosowano wzbudzanie otrzymanych w powyższy sposób tlenków w atmosferze argonu przy zastosowaniu silnego wzbudzenia w łuku prądu stałego. Sposób ten zwiększa co prawda wykrywalność oznaczanych pierwiastków, jednak jest bardzo pracochłonny i kosztowny.

Sposób według wynalazku oznaczania metali lotnych w stopach metali, a zwłaszcza w stopach niklowo-manganowych uwzględniający zastosowanie techniki proszkowej analizy spektralnej usuwa wyżej wymienione niedogodności i pozwala znacznie zwiększyć wykrywalność oznaczanych pierwiastków, skrócić czas analizy oraz zwiększyć dokładność oznaczeń w porównaniu ze sposobami stosowanymi dotychczas.

Sposób ilościowej spektralnej analizy metali lotnych w czystych metalach i ich stopach, a zwłaszcza w stopach niklowo-manganowych według

3 wynalazku polega na tym, że próbkę analizowanego stopu przygotowaną uprzednio w postaci tlenków miesza się dokładnie z tlenkiem miedziowym w stosunku od 2:1 do 1:3 w zależności od zawartości poszczególnych składników w stopie i tak otrzymaną mieszaninę wzbudza się na pomocniczych spektralnie czystych elektrodach węglowych w znany sposób.

Podany sposób analizy spektralnej pozwala prowadzić jednocześnie oznaczenie wszystkich metali lotnych z jednej próbki, przy czym czułość sposobu według wynalazku dla magnezu, ołowiu, cynku, bizmutu, kadmu, arsenu i antymonu jest większa niż 0,0005%, a więc znacznie lepsza od czułości i uzyskiwanych dotychczas znanymi sposobami spektralnymi. Jednocześnie dokładność oznaczeń sposobem według wynalazku jest również znacznie lepsza od dokładności uzyskiwanej w znanych dotychczas sposobach.

Przykład. Do oznaczania metali lotnych w stopach niklowo-manganowych stosuje się spektrograf kwarcowy o średniej dyspersji, np. ISP-23 lub Q-24. Analizowaną próbkę stopu rozpuszcza się w kwasie azotowym, odparowuje do sucha, następnie przepraża się do tlenków w płcu w temperaturze około 400°C i uciera w moździerzu agatowym. Otrzymany proszek miesza się ze spektralnie czystym tlenkiem miedziowym w stosun-

ku 1:2. Otrzymaną mieszaninę umieszcza się w kraterze elektrody węglowej o średnicy 3 mm i głębokości 3 mm. Jako źródło wzbudzenia stosuje się łuk prądu zmiennego o natężeniu $I = 14$ A. Czas wzbudzenia próbki 20 sekund. Rejestrację widm prowadzi się na płytach fotograficznych Spektralplatten UV.

Krzywe analityczne wykreślono w oparciu o serię 5-ciu wzorców sporządzonych syntetycznie. Fotometrowano następujące pary linii analitycznych: Mg 2802,7 A — Ni 2864,1 A; Pb 2833,07 A — Ni 2834,5 A; Zn 3345,02 A — Ni 3349,9 A; Bi 3067,7 A — Ni 3107,7 A; Cd 3261,05 A — Ni 3349,3 A; As 2349,8 A — Ni 2347,5 A; Sb 2508,06 A — Ni 2540,02 A. Obliczenia przeprowadzono metodą standardu wewnętrznego.

20 Zastrzeżenie patentowe

25 Sposób spektralnej ilościowej analizy metali lotnych, w stopach niklowo-manganowych, **znamienny** tym, że próbkę analizowanego stopu przygotowaną w postaci tlenków miesza się z tlenkiem miedziowym w stosunku od 2:1 do 1:3 w zależności od zawartości poszczególnych składników w stopie i następnie tak otrzymaną mieszaninę podaje się analizie spektralnej znanymi sposobami.