

ODLEWNICTWO	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Analiza chemiczna żużła żelazochromowego	4024-36
		0388 Grupa katalogowa HI-10

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości dwutlenku krzemu, całkowitej zawartości żelaza, dwutlenku glinu, tlenku wapnia, sumy wolnego tlenku wapnia i wodorotlenku wapnia, tlenku magnezu i tlenku chromu w żużlu żelazochromowym wg BN-71/4021-31.

1.2. Zakres stosowania metod oznaczania — wg tabl. 1.

Tablica 1

Składnik	Stosowana metoda	Zakres stosowania %	Badanie wg
SiO ₂	wagowa	26÷30	2.2.1
	wagowa przyspieszona		2.2.2
Fe	fotometryczna	1,0÷1,2	2.3
Al ₂ O ₃	wagowa z benzoesa-nem amonu	6÷8	2.4.1
	miareczkowania kompleksometrycznego		2.4.2
CaO	miareczkowania kompleksometrycznego	48÷53	2.5
CaO+ +Ca(OH) ₂ wolny	miareczkowania kompleksometrycznego	0,1÷1	2.6
MgO	miareczkowania kompleksometrycznego	6÷12	2.7
Cr ₂ O ₃	miareczkowania kompleksometrycznego	2÷5	2.8

2. METODY BADAŃ

2.1. Wytyczne ogólne

2.1.1. Pobieranie próbek. Próbkę pyłu żużła żelazochromowego należy pobrać ze średniej próbki laboratoryjnej zgodnej z BN-70/4021-31 w ilości 0,8 kg i przesiać przez sito o prześwicie oczka 0,50 mm. Próbkę tę dokładnie wymieszać przez co najmniej trzykrotne usypywanie z niej stożka każdorazowo w innym miejscu. Ostatni stożek rozpląszczyć i podzielić na cztery symetryczne części, z których dwie przeciwległe odrzucić. Z pozostałych uformować nowy stożek. Postępując w ten sposób zmniejszyć próbkę do 100 g. W celu oddzielenia żelaza metalicznego rozsypać próbkę cienką warstwą na papierze i przesuwając magnesem w odległości około 5 mm. Następnie próbkę przesiać przez sito o prześwicie oczka 0,20 mm. Tak przygotowaną próbkę przechowywać zgodnie z BN-71/4021-31.

2.1.2. Czystość odczynników. Do wszystkich oznaczania należy stosować odczynniki cz.d.a. Do przygotowania roztworów i przy wykonywaniu oznaczania używać wody destylowanej.

2.1.3. Dokładność ważenia. Próbkę i osady należy ważyć z dokładnością do 0,0001 g.

2.1.4. Wynik. Za wynik oznaczania danego składnika należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń o rozbieżności nie przekraczającej dopuszczalnych odchylek dla danej metody i zakresu zawartości składnika.

2.2. Oznaczanie zawartości dwutlenku krzemu

2.2.1. Metoda wagowa

2.2.1.1. Zasada oznaczania. Stopnie próbki z mieszaniną boraksu i węglanu sodowo-potasowego, wylugowanie stopu roztworem kwasu solnego

Zgłoszona przez Instytut Odlewnictwa
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Odlewnictwa dnia 15 października 1971 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań
od dnia 1 stycznia 1972 r. (Mon. Pol. nr 12/1972 poz. 85)

i wydzielenie z roztworu kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem solnym, wyprażenie i zważenie otrzymanego dwutlenku krzemu. Oznaczanie zanieczyszczeń w dwutlenku krzemu przez odparowanie z kwasem fluorowodorowym.

2.2.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

b) Kwas siarkowy (1,82), roztwór 1+4.

c) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.

d) Kwas solny (1,19), roztwór do przemywania: 20 cm³ kwasu solnego (1,19) rozcieńczyć wodą do objętości 500 cm³.

e) Mieszanina do stapiania: 2 części ciężarowe boraksu bezwodnego i 1 część ciężarową węglanu sodowo-potasowego wymieszać starannie i utrzyć w moździerzu agatowym. Przygotowaną mieszaninę przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu szklanym.

2.2.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,5 g zużła i przenieść do tygla platynowego pojemności 20÷30 cm³, dodać 3 g mieszaniny do stapiania. Zawartość tygla dokładnie wymieszać precyzyjnym platynowym lub szklanym i tygiel przykryć przykrywką. Tak przygotowaną próbkę stapiać około 2 godz w piecu o temperaturze 900÷1000°C dopóki stopiona masa nie będzie klarowna. Następnie oziębć tygiel, włożyć do parownicy porcelanowej pojemności 400 cm³, dodać małymi porcjami 100 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), przykrywając parowniczkę po każdym dodaniu kwasu solnego szkiełkiem zegarkowym. Po całkowitym rozpuszczeniu stopu tygiel i przykrywkę platynową przemyć starannie gorącą wodą i wyjąć z parownicy. Po spłukaniu szkiełka zegarkowego wodą zawartość parownicy odparować do sucha na łaźni wodnej, mieszając od czasu do czasu w trakcie odparowywania. Po odparowaniu do sucha parowniczkę z pozostałością ostudzić, zwilżyć suchą pozostałość kwasem solnym (1,19) i rozetrzeć dokładnie precyzyjnym szklanym. Zawartość parownicy ponownie odparować do sucha na łaźni wodnej a następnie prażyć w temperaturze do 135°C przez 1 godz na płycie grzewczej. Pozostałość rozetrzeć dokładnie precyzyjnym szklanym, zwilżyć 10 cm³ kwasu solnego (1,19), dodać 80 cm³ gorącej wody i ogrzewać do rozpuszczenia soli. Wydzielony kwas krzemowy przesączyć przez średni sączek ilościowy i przemyć 6÷8 razy gorącym roztworem kwasu solnego do przemywania oraz 5÷6 razy gorącą wodą. Przesączyć odparować do sucha. Osad w parownicy prażyć w temperaturze 135°C przez 1 godz, zwilżyć kwasem solnym (1,19) rozcieńczyć gorącą wodą i natychmiast sączyć, przemywając osad jak wyżej. Oba sączki z osadem umieścić w tyglu platynowym, spalać początkowo

w niskiej temperaturze do spopielenia sączków a następnie prażyć w temperaturze 950÷1000°C do stałej masy. Osad w tyglu zwilżyć 2 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1÷4), dodać około 5 cm³ kwasu fluorowodorowego i ponownie wyprażyć jak poprzednio.

2.2.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość X dwutlenku krzemu (SiO₂) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(b_1 - b_2)}{a} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

b_1 — masa tygla z zanieczyszczonym osadem, g,

b_2 — masa tygla po usunięciu dwutlenku krzemu, g,

a — odważka próbki, g.

2.2.1.5. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości dwutlenku krzemu do 20%—0,10%,

przy zawartości dwutlenku krzemu od 20 do 30%—0,15%,

przy zawartości dwutlenku krzemu powyżej 30%—0,20%.

2.2.2. Metoda wagowa przyspieszona

2.2.2.1. Zasada oznaczania. Stopienie próbki z mieszaniną boraksu i węglanu sodowo-potasowego, wylugowanie stopu roztworem kwasu solnego i wydzielenie z roztworu kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem solnym, wyprażenie i zważenie otrzymanego dwutlenku krzemu. Oznaczanie zanieczyszczeń w dwutlenku krzemu przez odparowanie z kwasem fluorowodorowym.

2.2.2.2. Odczynniki i roztwory — zgodne z 2.2.1.2.

2.2.2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,3 g zużła, przenieść do tygla platynowego pojemności 20÷30 cm³ i dodać 1,5 g mieszaniny do stapiania. Zawartość tygla dokładnie wymieszać precyzyjnym platynowym lub szklanym, następnie tygiel przykryć przykrywką. Tak przygotowaną próbkę stapiać około 30 min w piecu o temperaturze 1000÷1200°C dopóki stopiona masa nie będzie klarowna. Następnie oziębć tygiel a zawartość jego całkowicie wykruszyć i przenieść do parownicy porcelanowej pojemności 400 cm³ lub zlewki o pojemności 1 dm³. Pozostałość w tyglu potraktować kwasem solnym (1,19), ogrzewając tygiel łagodnie do całkowitego rozpuszczenia osadu. Roztwór z tygla przenieść do zlewki, do której przeniesiono stopioną zawartość tygla. Czynność przemywania tygla kwasem powtórzyć jeszcze raz, następnie dwukrotnie przemyć tygiel wodą. Objętość roztworu w parownicy lub w zlewce nie powinna być większa

od 100 do 150 cm³. Zawartość parownicy lub zlewki odparować na łaźni wodnej do sucha, mieszając od czasu do czasu w trakcie odparowywania. Po odparowaniu do sucha parowniczkę z pozostałościami ostudzić, dodać 10 cm³ kwasu solnego (1,19), 50 cm³ gorącej wody i ogrzewać łagodnie do rozpuszczenia soli. Wydzielony kwas krzemowy przesączyć przez średni sączek ilościowy i przemyc 4÷5 razy gorącym roztworem kwasu solnego do przemywania oraz 4÷5 razy gorącą wodą do usunięcia jonów chloru. Sączek wraz z osadem przenieść do tygla platynowego, suszyć w temperaturze około 110÷120°C następnie spalić i wyprażyć w temperaturze 950÷1000°C do stałej masy i po ostudzeniu zważyć. Osad w tyglu zwilżyć 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+4), dodać 5 cm³ kwasu fluorowodorowego, odparować początkowo na płycie grzewczej do usunięcia dymów kwasu siarkowego a następnie wyprażyć w temperaturze 950÷1000°C. Powtórzyć odparowanie dodając 1 cm³ roztworu kwasu siarkowego i 2 cm³ kwasu fluorowodorowego. Pozostałość w tyglu po oziębieniu zważyć.

2.2.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość X₁ dwutlenku krzemu (SiO₂) obliczyć w procentach wg wzoru (1).

2.2.2.5. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości dwutlenku krzemu do 20%—0,20%,

przy zawartości dwutlenku krzemu od 20 do 30%—0,25%,

przy zawartości dwutlenku krzemu powyżej 30%—0,30%.

2.3. Oznaczanie całkowitej zawartości żelaza

2.3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki żużla w kwasie solnym, usunięcie z roztworu kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem siarkowym i fluorowodorowym. Rozpuszczenie pozostałości w kwasie solnym. Wydzielenie wodorotlenku żelaza amoniakiem po utlenieniu jonów chromu trójwartościowego do sześciowartościowego. Fotometryczny pomiar ekstynkcji przy pomocy fotometru Pulfricha lub innego spektrokolorymetru.

2.3.2. Aparatura. Fotometr Pulfricha lub inny spektrokolorymetr z lampą wolframową 30 W, 6 V oraz filtrem S53.

2.3.3. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak (0,91), roztwór 1+1.

b) Azotan srebra, roztwór 1,5-procentowy: odważyć 15 g azotanu srebra, rozpuścić w kolbie miarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić do kreski wodą. Przechowywać w ciemnym naczyniu.

c) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

d) Kwas siarkowy (1,82), roztwór 1+4.

e) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.

f) Nadsiarczany amonu, stały.

g) Rodanek potasowy, roztwór 10-procentowy: odważyć 100 g rodanku potasu, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić do kreski wodą.

h) Roztwór wzorcowy żelaza: odważyć 0,1000 g drutu żelaznego do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i rozpuścić w 20 cm³ kwasu solnego (1,19). Po rozpuszczeniu żelaza roztwór utlenić na gorąco 1 cm³ kwasu azotowego (1,40) wygotować tlenki azotu, oziębć zawartość kolby i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,0001 g żelaza, co przy odważce 0,1000 g próbki odpowiada 0,10% żelaza.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,1 g żużla i przenieść do parownicy platynowej o pojemności 150÷200 cm³. Dodać 2 cm³ kwasu solnego (1+1) i po dokładnym wymieszaniu dodać jeszcze 2 cm³ kwasu siarkowego (1+4) oraz 5÷10 cm³ kwasu fluorowodorowego. Parownicę umieścić na łaźni piaskowej i zawartość jej odparować do gęstych białych dymów. Po ostygnięciu parowniczkę dodać ponownie 2 cm³ kwasu siarkowego (1+4), około 2÷5 cm³ kwasu fluorowodorowego i ponownie odparować do gęstych białych dymów. Parowniczkę oziębć. Pozostałość w parownicy potraktować 100 cm³ wody i 5 cm³ kwasu solnego a następnie ogrzewać do całkowitego rozтворzenia osadu. Klarowny roztwór przenieść do zlewki o pojemności 250 cm³, dodać 2 cm³ kwasu azotowego, około 5 g chlorku amonu i amoniaku do reakcji słabo alkalicznej. Zlewkę z roztworem pozostawić przez 10 min na łaźni wodnej dla skoagulowania osadu, następnie odsączyć od wydzielonego osadu. Osad na sączku przemyc kilkakrotnie gorącą wodą, rozpuścić w 30 cm³ kwasu solnego (1,19), zbierając roztwór do zlewki, w której przeprowadzono wydzielanie. Do roztworu dodać 10 cm³ azotanu srebra, 5 g nadsiarczany amonu i ogrzewać, doprowadzając roztwór do wrzenia. W temperaturze wrzenia utrzymać roztwór kilka minut do rozłożenia nadmiaru nadsiarczany, następnie powoli dodawać roztwór amoniaku do reakcji słabo alkalicznej. Zlewkę z roztworem pozostawić przez 10 min na łaźni wodnej dla skoagulowania osadu i odsączyć od wydzielonego osadu. Osad na sączku przemyc kilkakrotnie gorącą wodą, następnie rozpuścić w 20 cm³ kwasu solnego (1+1), zbierając roztwór do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³. Sączek przemyc kilkakrotnie wrzącą wodą, zbierając roztwór z przemycia do tej samej kolby pomiarowej. Dodać 5 cm³ roztworu rodanku potasu, uzupełnić zawartość kolby wodą do kreski i wymieszać dokładnie. Po 10 min

zmierzyć ekstynkcję roztworu, posługując się kiuwetą 1 cm i filtrem S53. Jako roztwór porównawczy stosować wodę. Zabarwienie roztworu jest stabilne przez 30 min i w tym czasie należy wykonać pomiar.

2.3.5. Obliczanie wyników. Po zmierzeniu ekstynkcji roztworu określić zawartość tlenku żelaza za pomocą krzywej kalibracji. Krzywą kalibracji wykreślić w oparciu o następujące postępowanie. Do 8 kolb pomiarowych każda pojemności 100 cm³ dodać kolejno biuretą 0; 1; 3; 5; 7; 10; 15 i 20 cm³ roztworu wzorcowego żelaza. Do każdej z kolb dodać 20 cm³ kwasu solnego (1+1) oraz 5 cm³ 25-procentowego roztworu rodanku potasowego, uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać zawartość kolby. Po 10 min zmierzyć ekstynkcję roztworów, postępując zgodnie z 2.3.4. Po przeprowadzeniu pomiarów ekstynkcji roztworów wzorcowych wykreślić krzywą ekstynkcji, odmierzając na osi odciętych procentową zawartość żelaza a na osi rzędnych wartości ekstynkcji. Dla każdego punktu zgodnie z tabl. 2 należy sporządzić przynajmniej dwa roztwory i wykonać dwa oznaczania ekstynkcji.

Tablica 2

Zawartość żelaza ‰	Ilość roztworu wzorcowego cm ³
0,0	0
0,1	1
0,3	3
0,5	5
0,7	7
1,0	10
1,5	15
2,0	20

2.3.6. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości żelaza od 0,00 do 0,50‰—0,05‰, przy zawartości żelaza od 0,50 do 1,00‰—0,08‰, przy zawartości żelaza od 1,00 do 2,00‰—0,10‰.

2.4. Oznaczanie tlenku glinu

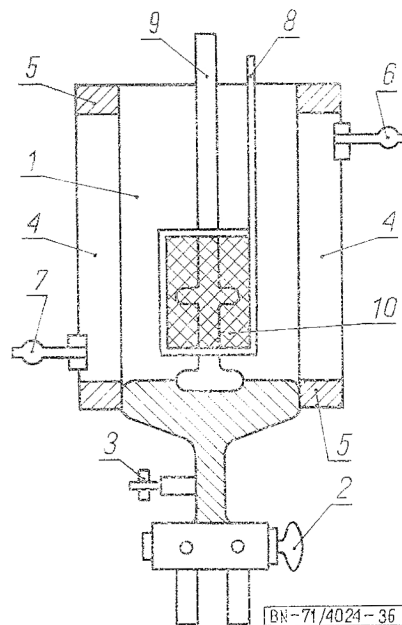
2.4.1. Metoda wagowa

2.4.1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbek żuźla w kwasie azotowym, usunięcie z roztworu kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem siarkowym i fluorowodorowym. Rozpuszczenie pozostałości w wodzie z dodatkiem kwasu siarkowego. Oddzielenie jonów żelaza i chromu przez

elektrolizę z katodą rtęciową. Wydzielenie glinu w postaci benzoesu glinu. Wyprażenie benzoesu glinu do tlenku glinu i zważenie go.

2.4.1.2. Aparatura

a) Aparat do elektrolizy z katodą rtęciową — wg rysunku.



1 — naczynie szklane pojemności 400 cm³, 2 — kurek szklany dwudrożny, 3 — uchwyt mosiężny z wtopioną w szkło platyną (katoda), 4 — chłodnica, 5 — wkładki gumowe, 6 — odprowadzenie wody, 7 — doprowadzenie wody, 8 — anoda platynowa, 9 — mieszadło szklane, 10 — rtęć

- b) Amperomierz (20 A).
- c) Woltomierz (20 V).
- d) Dwie opornice (100 Ω, 15 A).
- e) Bateria akumulatorów 12 V.

2.4.1.3. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak (0,91), roztwór 1+4.
b) Benzoesan amonu, roztwór 10-procentowy: rozpuścić 100 g benzoesu amonu w 500 cm³ gorącej wody. Roztwór oziębić i dopełnić do objętości 1 dm³ wody. Gdy roztwór jest mętny należy go przesączyć. W przypadku braku benzoesu amonu sporządzić roztwór z kwasu benzoesowego: do 110 cm³ amoniaku (0,91) wlać 750 cm³ wody, ogrzać do temperatury 60°C i rozpuścić w nim 38 g kwasu benzoesowego. Po oziębieniu dopełnić wodą do objętości 1 dm³.

c) Benzoesan amonu, roztwór do przemysławiania: do 25 cm³ 10-procentowego roztworu benzoesu amonu dodać 10 cm³ kwasu octowego lodowatego i następnie uzupełnić wodą do objętości 1 dm³.

d) Chlorowodorek hydroksyloaminy lub hydro-siarczyn sodu, stały.

e) Kwas azotowy (1,42), roztwór 1+1.

- f) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.
- g) Kwas octowy, lodowaty.
- h) Kwas siarkowy (1,82).
- i) Kwas solny (1,19).
- j) Papierek wskaźnikowy, uniwersalny.
- k) Rtęć metaliczna.

2.4.1.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,2 g żuźla i przenieść do parownicy platynowej. Dodać 5 cm³ kwasu azotowego (1+1) i po dokładnym wymieszaniu dodać 2 cm³ kwasu siarkowego (1+4) oraz 5÷10 cm³ kwasu fluorowodorowego. Parownicę umieścić na łaźni piaskowej i zawartość jej odparować do gęstych białych dymów. Po ostudzeniu parownicy dodać ponownie 1 cm³ kwasu siarkowego (1+4) oraz 5 cm³ kwasu fluorowodorowego i zawartość jej odparować do zaniku wydzielania się białych dymów. Parownicę oziębić, dodać 100 cm³ wody i 5 cm³ kwasu siarkowego i ogrzewać na łaźni piaskowej do całkowitego rozpuszczenia osadu. Jeśli na dnie mimo dłuższego ogrzewania pozostanie biały krystaliczny osad odsączyć od niego pozostałość przez twardy sączek. Klarowny roztwór lub przesącz oziębić i przenieść do aparatu do elektrolizy z katodą rtęciową (rysunek). Parownicę spłukać wodą, przy czym objętość roztworu elektrolizowanego nie powinna przekraczać 150 cm³. Po założeniu anody, której dolna część ma się znajdować w odległości 0,5÷1,0 cm od powierzchni rtęci, umieścić mieszadło szklane w ten sposób, aby podczas mieszania oczyszczało powierzchnię rtęci. Podłączyć katodę, włączyć prąd i kontakt na opornicy tak przesuwając, aby uzyskać natężenie około 6÷8 A, a napięcie 6÷12 V. Roztwór w czasie elektrolizy silnie chłodzić wodą. Przeciętny czas elektrolizy wynosi 20 min. Gdy roztwór stanie się bezbarwny elektrolizę zakończyć. Rtęć usunąć przez kurek dwudrożny a następnie roztwór przelać do pierwotnej zlewki. Jeśli roztwór zawiera rtęć lub jest mętny przesączyć go. Klarowny przesącz zbierać do zlewki pojemności 400 cm³, następnie dodać w nadmiarze roztworu wodorotlenku sodu, ogrzać i przenieść roztwór wraz z osadem do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³. Oziębić i dopełnić roztwór w kolbie do kreski wodą. Przesączyć przez suchy fałdowany sączek do suchej zlewki, odmierzyć 200 cm³ i przenieść do zlewki pojemności 400 cm³. Dodać kwasu solnego do reakcji kwaśnej (pH około 2, próba z papierkiem uniwersalnym). Następnie dodać 2 g chlorku amonu i roztworu amoniaku (1+3) przy ciągłym mieszaniu do pojawienia się pierwszego nie znikającego zmętnienia. Zubożenie należy prowadzić bardzo starannie, unikając nadmiaru amoniaku. Do zubożonego roztworu dodać 1 cm³ kwasu octowego lodowatego

i 1 g hydrosiarczyny sodowej przy ciągłym mieszaniu roztworu. Roztwór zagrzać do wrzenia, dodać 25 cm³ 10-procentowego roztworu benzoesu amonowego przy ciągłym mieszaniu zawartości zlewki oraz nieco miazgi z bibuły ilościowej do sączenia. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, odstawić na łaźnię wodną ogrzaną do temperatury 60°C÷80°C do opadnięcia osadu. Po skoagulowaniu osadu przesączyć go bezzwłocznie przez sączek ilościowy średniosączący i przemyć kilkakrotnie sączek z osadem gorącym roztworem benzoesu amonu do przemywania. Osad na sączku rozpuścić w gorącym roztworze kwasu solnego (1+3), zbierając roztwór do zlewki, w której przeprowadzono wytrącanie benzoesu glinowego. Sączek przemyć bardzo starannie gorącą wodą. Powtórzyć wytrącanie glinu benzoesaniem amonowym w sposób podany wyżej. Wydzielony benzoesan glinowy przesączyć przez sączek średniosączący ilościowy, przemyć kilka razy gorącym roztworem benzoesu amonowego. Wysuszyć i spalać początkowo w niskiej temperaturze aż do spalania sączka, następnie prażyć w temperaturze 800÷900°C do stałej masy.

2.4.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość X tlenku glinu (Al₂O₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a}{b} \quad (2)$$

w którym:

b — masa osadu tlenku glinu, g.

a — odważka próbki, g.

2.4.1.6. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości tlenku glinu 6÷8%—0,15%.

2.4.2. Metoda miareczkowania kompleksometrycznego

2.4.2.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki żuźla w kwasie azotowym, usunięcie z roztworu kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem siarkowym i fluorowodorowym. Rozpuszczenie pozostałości w wodzie z dodatkiem kwasu siarkowego. Oddzielenie jonów żelaza i chromu przez elektrolizę z katodą rtęciową. Oznaczanie miareczkowe jonów glinu wersenianem dwusodowym wobec wskaźnika PAN.

2.4.2.2. Aparatura. Aparat do elektrolizy z katodą rtęciową wg rysunku (2.4.1.2).

2.4.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Komplekson III (wersenian dwusodowy), roztwór 0,01 m: 3,7224 g wersenianu dwusodowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić do kreski wodą. Miano roztworu nastawić na próbkę wzorcową lub na czysty glin.

A. Nastawienie miana na próbkę wzorcową: odważyć 0,2 g żuźla i postępować dalej jak podano w 2.4.2.4. Miano (f_1) roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach Al_2O_3 obliczyć wg wzoru

$$f_1 = \frac{p \cdot a}{b \cdot 100} \quad (3)$$

w którym:

- p — zawartość Al_2O_3 w próbce wzorcowej, g,
- a — odważka próbki, g,
- b — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania próbki wzorcowej, cm^3 .

B. Nastawienie miana na roztwór czystego glinu: odważyć 0,1064 g czystego glinu do zlewki pojemności 250 cm^3 i rozpuścić w 20 cm^3 kwasu solnego (1+1), przykrywając zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Po rozpuszczeniu przelać zawartość zlewki do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 , oziębic i dopełnić do kreski wodą. 1 cm^3 tego roztworu zawiera 0,0002 g Al_2O_3 . Odmierzyć biuretą 20÷30 cm^3 roztworu wzorcowego, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 , rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm^3 , skontrolować pH roztworu papierkiem uniwersalnym i doprowadzić roztwór octanem amonu i ewentualnie kwasem solnym do pH=3. Dodać 2÷3 krople kompleksonianu miedzi, 2÷3 krople wskaźnika PAN oraz roztwór octanu amonowego do różowego zabarwienia. Ogrzać do wrzenia i dalej postępować zgodnie z 2.4.2.4.

Miano (f_1) roztworu kompleksonu III wyrażonego w gramach Al_2O_3 na 1 cm^3 obliczyć wg wzoru

$$f_1 = \frac{0,0002 \cdot c}{b} \quad (4)$$

w którym:

- c — objętość roztworu wzorcowego, cm^3 ,
- b — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania odmierzonych ilości roztworu wzorcowego w gramach,
- 0,002 — zawartość Al_2O_3 w 1 cm^3 roztworu wzorcowego, g.
- b) Kompleksonian miedzi: rozpuścić 2,4971 g siarczany miedzi w 100 cm^3 wody oraz osobno 3,722 g kompleksonu III w 100 cm^3 wody i następnie dwa roztwory połączyć.
- c) Kwas azotowy (1,40).
- d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.
- e) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+4.
- f) Octan amonu, roztwór 20-procentowy: 20 g octanu amonu rozpuścić w wodzie i dopełnić do 100 cm^3 wodą.
- g) Papierek wskaźnikowy, uniwersalny.
- h) Rtęć metaliczna.

i) Wodorotlenek sodu, roztwór 20-procentowy: 20 g wodorotlenku sodu rozpuścić w wodzie i dopełnić do 100 cm^3 wodą.

2.4.2.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,2 g żuźla i dalej postępować wg 2.4.1.4 do momentu: dodać w nadmiarze wodorotlenku sodu i przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 . Roztwór w kolbie oziębic i dopełnić do kreski wodą. Przesączyć przez suchy fałdowany sącdek do suchej zlewki. Odmierzyć 200 cm^3 roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 . Doprowadzić kwasowość roztworu kwasem solnym i octanem amonowym do pH=3, dodać 2÷3 krople wskaźnika PAN, 2÷3 krople kompleksonianu miedzi oraz octanu amonu do wyraźnego różowego zabarwienia. Roztwór ogrzać do wrzenia i na gorąco miareczkować do zmiany zabarwienia z różowego na żółte. Za końcowy punkt miareczkowania należy przyjąć moment, w którym żółta barwa roztworu nie zmienia się mimo dalszego podgrzewania i dodawania octanu amonowego.

2.4.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość X_1 tlenku glinu (Al_2O_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{f_1 \cdot b}{a} \cdot 100 \quad (5)$$

w którym:

- f_1 — miano roztworu kompleksonu III wyrażonego w gramach Al_2O_3 na 1 cm^3 ,
- b — objętość kompleksonu zużyta do miareczkowania, cm^3 ,
- a — odważka próbki, g.

2.4.2.6. Dopuszczalne różnice między wynikami przy zawartości tlenku glinu 6÷8% — 0,10%.

2.5. Oznaczanie tlenku wapnia

2.5.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki żuźla w kwasie solnym, oddzielenie kwasu krzemuowego przez odparowanie z kwasem siarkowym i fluorowodorowym. Rozpuszczenie pozostałości w wodzie z dodatkiem kwasu solnego. Oddzielenie żelaza, chromu i glinu amoniakiem, miareczkowanie jonów wapnia roztworem kompleksonu III wobec fluoreksonu lub kalcjonu jako wskaźnika.

2.5.2. Odczynniki i roztwory

- a) Amoniak (0,91).
- b) Chlorowodorek hydroksyloaminy, stały.
- c) Chlorowodorek trójetanoloaminy, stały. W przypadku braku chlorowodoru trójetanoloaminy przygotować go z ciekłej trójetanoloaminy w sposób następujący: zmieszać 1 część 25-procentowego roztworu kwasu solnego z 1 częścią trójetanoloaminy przy użyciu lejka Büchnera, następnie przeemyć alkoholem etylowym i wysuszyć.

d) Komplekson III, roztwór 0,01 m — sporządzić zgodnie z 2.4.2.3 i miano nastawić na próbkę wzorcową. Odważyć 0,1 g próbki wzorcowej żuźla i dalej postępować wg 2.5.3.

Miano (f_2) roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach CaO na cm^3 obliczyć wg wzoru

$$f_2 = \frac{p \cdot a}{b \cdot 100} \quad (6)$$

w którym:

- p — zawartość CaO w próbce wzorcowej, g,
- a — odważka próbki, g,
- b — objętość roztworu 0,01 m kompleksonu III zużyta do miareczkowania próbki wzorcowej, cm^3 .

Miano roztworu można nastawić na sól wapnia, np. węglan wapniowy, w którym sprawdzono zawartość wapnia metodą wagową. Odważyć 4,45 g węglanu wapnia i rozpuścić ostrożnie pod przykryciem w 25 cm^3 kwasu solnego (1+2), następnie roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 i dopełnić do kreski wodą. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu wzorcowego zawiera 0,005 g CaO. Odmierzyć z biurety 10 cm^3 tego roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 , rozcieńczyć wodą do 100 cm^3 , dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksyloaminy, wodorotlenku potasu do reakcji alkalicznej a następnie jeszcze 20 cm^3 w nadmiarze rozcieńczyć do 200 cm^3 , dodać 0,2 g fluoreksonu lub kalcjonu i miareczkować wg 2.5.3.

Miano (f_2) kompleksonu III wyrażone w gramach CaO na 1 cm^3 obliczyć wg wzoru

$$f_2 = \frac{0,005 \cdot 10}{b} \quad (7)$$

w którym:

- b — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania odmierzonej ilości soli wapnia, cm^3 ,
- 10 — objętość zużytego węglanu wapniowego, cm^3 ,
- 0,005 — zawartość CaO w gramach w 1 cm^3 roztworu węglanu wapnia.

e) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

f) Kwas siarkowy (1,82), roztwór 1+4.

g) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.

h) Wodorotlenek potasowy, roztwór 20-procentowy: 20 g wodorotlenku potasu rozpuścić w wodzie i dopełnić wodą do 100 cm^3 .

i) Wskaźnik fluoreksonu oraz wskaźnik kalcjonu: 1 g fluoreksonu (lub kalcjonu) rozetrzeć dokładnie z 100 g chlorku potasu w moździerzu agatowym.

2.5.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,1 g żuźla i przenieść do parownicy platynowej pojem-

ności 150÷300 cm^3 . Dodać 5 cm^3 kwasu solnego (1+1) i po dokładnym wymieszaniu 2 cm^3 kwasu siarkowego (1+4) oraz 5÷10 cm^3 kwasu fluorowodorowego. Parownicę umieścić na łaźni piaskowej i zawartość jej odparować do gęstych białych dymów. Po oziębieniu dodać 100 cm^3 wody, 5 cm^3 kwasu solnego (1+1) i ogrzewać na łaźni do całkowitego rozpuszczenia osadu. Roztwór całkiem klarowny przenieść do zlewki pojemności 400 cm^3 , zobojętnić amoniakiem, dodać 0,1 g nadsiarczanu amonowego i silnie gotować 5÷10 min do rozłożenia nadmiaru nadsiarczanu. Zawartość zlewki oziębć, przelać do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 i dopełnić wodą do kreski. Starannie wymieszać i przesączyć przez suchy fałdowany sącdek do suchej zlewki. Odmierzyć 50 cm^3 roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 . Roztwór w kolbie zakwasić kwasem solnym (1+1), dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksyloaminy i 0,5 g chlorowodoru trójetanoloaminy doprowadzić wodorotlenkiem potasu roztwór do reakcji alkalicznej, następnie dodać jeszcze 20 cm^3 wodorotlenku potasu w nadmiarze i 0,2 g wskaźnika fluoreksonu lub kalcjonu. Roztwór natychmiast miareczkować roztworem 0,01 m kompleksonu III do zmiany barwy z zielonej do łososiowej lub bezbarwnej.

2.5.4. Obliczanie wyników. Zawartość X tlenku wapnia (CaO) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{f_2 \cdot b}{a} \cdot 100$$

w którym:

- f_2 — miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach CaO na 1 cm^3 ,
- b — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania, cm^3 ,
- a — odważka próbki, g.

2.5.5. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości tlenku wapnia od 48 do 53% — 0,20%.

2.6. Oznaczanie sumy zawartości wolnego tlenku wapnia i wodorotlenku wapnia

2.6.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbek w mieszaninie estru kwasu octowego i alkoholu izobutyloвого. Oznaczenie osadu i oznaczenie z przesączu wapnia kompleksometrycznie.

2.6.2. Przyrządy i aparatura

- a) Kolba stożkowa ze szlifem pojemności 200 cm^3 .
- b) Chłodnica zwrotna ze szlifem.
- c) Lejek G4.
- d) Rurka absorbcyjna.
- e) Pompa wodna próżniowa.

2.6.3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol izobutylový.

b) Chlorek wapnia.

c) Ester kwasu octowego — acetylooctan. Preparat jeżeli jest przechowywany dłużej niż 3 miesiące należy go przedestylować pod zmniejszonym ciśnieniem 10 mm Hg przy temperaturze 67°C.

d) Komplekson III (wersenian dwusodowy), roztwór 0,002 m: 1,488 kompleksonu III rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 2 dm³. Po rozpuszczeniu dopełnić wodą do kreski. Nastawienie miana kompleksonu III: 0,178 g węglanu wapnia wypróżnionego w 400°C, rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego (1+1), wygotować CO₂ i po ochłodzeniu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,0001 g tlenu wapnia. Do kilku kolb stożkowych pojemności 500 cm³ odmierzyć po 10 cm³ roztworu węglanu wapnia, dodać 60 cm³ kwasu solnego, uzupełnić wodą do 200 cm³, dodać 15 cm³ wodorotlenku sodu i miareczkować kompleksem III wobec mureksydu do zmiany barwy z różowo-czerwonej do niebiesko-fioletowej.

Miano (f_3) kompleksonu III obliczyć wg wzoru

$$f_3 = \frac{a}{b} \quad (9)$$

w którym:

a — ilość tlenu wapnia zawartego w roztworze pobranym do miareczkowania, g,

b — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania, cm³.

e) Kwas solny, roztwór 0,1 N.

f) Mureksyd: rozetrzeć 0,1 g mureksydu z 10 g chlorku sodu w moździerzu agatowym.

g) Wapno sodowane.

h) Wodorotlenek sodu, roztwór 10-procentowy.

2.6.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,05 ÷ 1,0 g żuźla w zależności od przypuszczalnej sumy zawartości wolnego tlenu wapnia i wodorotlenku wapnia. Odważkę przenieść do kolby stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 3 cm³ acetylooctanu i 20 cm³ alkoholu izobutylového, zamknąć kolbę doszlifowanym korkiem i wytrząsnąć. Następnie nałożyć chłodnicę zwrotną zaopatrzoną w rurkę absorbcyjną napełnioną chlorkiem wapnia i wapnem sodowanym. Kolbę z mieszaniną ogrzewać 1 godz. Po oziębieniu roztwór przesączyć przez lejek G4 na pompie próżniowej. Kolbę stożkową i lejek G4 przemyć 5 cm³ alkoholu izobutylového. Czynność tę wykonać czterokrotnie. Przesączyć przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm³. Kolbę, z której przelano przesączyć do rozdzielacza wypłukać 20 cm³ kwasu solnego. Z kolei przelać kwas do rozdzielacza i wytrząsać około 30 s. Wytrząsanie

z kwasem solnym powtórzyć trzykrotnie. Dolną warstwę w rozdzielaczu po dokładnym oddzieleniu spuścić do kolby stożkowej pojemności 500 cm³. Roztwór w kolbie rozcieńczyć do 200 cm³ wodą, dodać 15 cm³ wodorotlenku sodu, mureksydu i zmiareczkować roztworem kompleksonu III do uzyskania niebiesko-fioletowego zabarwienia, które przy dalszym miareczkowaniu nie zmienia się.

2.6.5. Obliczanie wyników. Sumę zawartości wolnego tlenu wapnia i wodorotlenku wapnia [CaO + Ca(OH)₂] obliczyć w procentach wg wzoru

$$\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2 = \frac{f_3 \cdot b}{a} \cdot 100 \quad (10)$$

w którym:

f_3 — miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach CaO na 1 cm³,

b — objętość kompleksonu III zużyta do miareczkowania, cm³,

a — odważka próbki, g.

2.6.6. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości CaO + Ca(OH)₂ od 0,1 do 0,5% — 0,03%,
przy zawartości CaO + Ca(OH)₂ od 0,5 do 1,0% — 0,06%.

2.7. Oznaczanie tlenu magnezu

2.7.1. Zasada oznaczania — analogiczna jak przy oznaczaniu tlenu wapnia. Dla oznaczania jonów magnezu odmierzony do miareczkowania roztwór miareczkuje się wobec czerni eriochromowej T roztworem kompleksonu III. Z różnicy zawartości CaO + MgO i oznaczonego tlenu wapnia wg 2.5 oblicza się zawartość tlenu magnezu.

2.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak (0,91).

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy, stały.

c) Chlorowodorek trójetanoloaminy, stały. W przypadku braku chlorowodoru trójetanoloaminy przygotować go z ciekłej trójetanoloaminy w sposób następujący: zmieszać 1 część 25-procentowego roztworu kwasu solnego z 1 częścią trójetanoloaminy przy użyciu lejka Büchnera, następnie przemyć alkoholem etylowym i wysuszyć.

d) Komplekson III (roztwór) 0,01 m — sporządzić zgodnie z 2.5.2 i miano roztworu nastawić na próbkę wzorcową. Odważyć 0,1 g próbki wzorcowej żuźla i dalej postępować jak w 2.7.3.

Miano (f_4) roztworu wyrażone w gramach MgO obliczyć wg wzoru

$$f_4 = \frac{p \cdot a}{(b_2 - b_1) \cdot 100} \quad (11)$$

w którym:

p — zawartość MgO w próbce wzorcowej, g,

a — odważka próbki, g,

- b_2 — objętość roztworu 0,01 m kompleksonu III zużyta do miareczkowania próbki wzorcowej wobec czerni eriochromowej T, cm^3 ,
 b_1 — objętość roztworu 0,01 m kompleksonu III zużyta do miareczkowania próbki wzorcowej wobec fluoreksonu, cm^3 .

Miano roztworu można również nastawić na sól magnezu, np. tlenek magnezu, w którym sprawdzono zawartość MgO metodą wagową. Odważyć 0,4 g tlenku magnezu, rozpuścić w 25 cm^3 kwasu solnego (1+2) po czym przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 i dopełnić do kreski wodą. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 0,008 g tlenku magnezu. Odmierzyć biuretą 10 cm^3 tego roztworu oraz 10 cm^3 roztworu wzorcowego węglanu wapnia do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 , rozcieńczyć 50 cm^3 wody, dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 0,2 g chlorowodoru trójetanoloaminy, 20 cm^3 amoniaku (0,91), 0,05 g czerni eriochromowej T i miareczkować wg 2.7.3. Drugą próbkę roztworu wzorcowego przygotowaną w analogiczny sposób zmiareczkować wobec wskaźnika fluoreksonu wg 2.5.3.

Miano (f_3) roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach na 1 cm^3 obliczyć wg wzoru

$$f_4 = \frac{0,0008 \cdot 10}{V_2 - V_1} \quad (12)$$

w którym:

- V_2 — objętość roztworu kompleksonu III zużyta przy miareczkowaniu wobec czerni eriochromowej, cm^3 ,
 V_1 — objętość roztworu kompleksonu III zużyta przy miareczkowaniu wobec fluoreksonu, cm^3 ,
 0,0008 — zawartość MgO w gramach w 1 cm^3 roztworu wzorcowego,
 10 — objętość zużytego roztworu tlenku magnezu, cm^3 .
 e) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.
 f) Kwas siarkowy (1,82), roztwór 1+4.
 g) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.
 h) Wskaźnik czerni eriochromowej T: 1 g czerni eriochromowej T rozetrzeć dokładnie z 100 g chlorku sodowego w moździerzu agatowym.

2.7.3. Wykonanie oznaczania. Z roztworu odsączonego z kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 przygotowanego wg 2.5.3, odmierzyć 50 cm^3 do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 , dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 0,5 g chlorowodoru trójetanoloaminy, amoniaku do reakcji alkalicznej a następnie 20 cm^3 w nadmiarze, 0,05 g czerni eriochromowej T i natychmiast miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany zabarwienia roztworu na kolor niebieski.

2.7.4. Obliczanie wyników. Zawartość X tlenku magnezu (MgO) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{f_4 \cdot (V_2 - V_1)}{a} \cdot 100 \quad (13)$$

w którym:

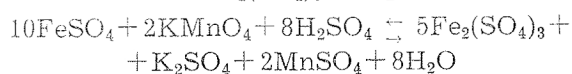
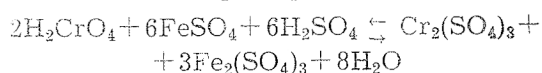
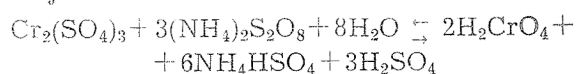
- f_4 — miano roztworu kompleksonu III, g/cm^3 ,
 V_2 — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania wobec czerni eriochromowej T, cm^3 ,
 V_1 — objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania wobec fluoreksonu, cm^3 ,
 a — odważka próbki, g.

2.7.5. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości tlenku wapnia 6÷12% — 0,10%.

2.8. Oznaczanie tlenku chromu

2.8.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki żuźla w kwasie azotowym, oddzielenie kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem siarkowym i fluorowodorowym. Utlenienie chromu nadsiarczaniem amonowym w obecności azotanu srebra. Zredukowanie kwasu chromowego siarczaniem żelazawo-amonowym i odmiareczkowanie nadmiaru siarczany mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego.

Reakcje:



2.8.2. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra, roztwór 2,5-procentowy: 25 g azotanu srebra rozpuścić w 1 dm^3 wody.
 b) Kwas azotowy (1,19), roztwór 1+1.
 c) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.
 d) Kwas fosforowy (1,7),
 e) Kwas siarkowy (1,82), roztwór 1+4.
 f) Nadmanganian potasowy, roztwór 0,01 n: odważyć 3,1606 g nadmanganianu potasu i rozpuścić w 600 cm^3 wody w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm^3 . Dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór przechowywać w ciemnym miejscu przez 10 dni, następnie przesączyć przez azbest do butelki z ciemnego szkła. Miano roztworu nadmanganianu potasu nastawić na wzorcowy roztwór dwuchromianu potasu. Odważyć w tym celu 0,5656 g dwuchromianu potasowego wysuszonego w temperaturze 150÷170°C, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm^3 i dopełnić do kreski wodą. 1 cm^3 tak przygotowanego roztworu zawiera 0,002 g chromu. Odmierzyć dokładnie

z biurety 10 cm³ przygotowanego roztworu dwuchromianu potasowego do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i rozcieńczyć 100 cm³ wody. Dodać 25 cm³ 0,01 n roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego do jasnoróżowego zabarwienia utrzymującego się przez 30 sek.

Miano (f_5) nadmanganianu potasowego obliczyć wg wzoru

$$f_5 = \frac{0,002 \cdot 10}{a - b} \quad (14)$$

w którym:

- a — objętość roztworu nadmanganianu potasu zużyta do utlenienia 25 cm³ siarczanu żelazowo-amonowego, cm³ (ślepa próba),
- b — objętość roztworu nadmanganianu potasu zużyta do miareczkowania nadmiaru siarczanu żelazowo-amonowego, cm³,
- 0,002 — zawartość chromu znajdująca się w 1 cm³ roztworu wzorcowego dwuchromianu potasu, g,
- 10 — objętość roztworu wzorcowego chromu pobraną do miareczkowania, cm³.

g) Nadsiarczan amonowy, stały.

h) Siarczan żelazowo-amonowy, roztwór 0,01 n: odważyć 5,00 g siarczanu żelazowo-amonowego, rozpuścić w roztworze kwasu siarkowego (5+95) w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ i dopełnić do kreski tym samym roztworem a następnie wymieszać.

2.8.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,2 g żuźla, przenieść do parownicy platynowej. Dodać 5 cm³ kwasu azotowego (1+1) i po dokładnym wymieszaniu dodać 2 cm³ kwasu siarkowego (1+4) oraz 5÷10 cm³ kwasu fluorowodorowego. Parownicę umieścić na łaźni piaskowej i zawartość jej odparować do gęstych białych dymów. Po oziębieniu dodać 100 cm³ wody, 5 cm³ kwasu siarkowego (1+1) i ogrzewać do całkowitego rozpu-

szczenia. Następnie dodać 10 cm³ kwasu fosforowego i klarowany roztwór przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm³. Parownicę spłukać wodą do głównego roztworu w kolbie stożkowej. Roztwór rozcieńczyć do objętości 200 cm³, dodać 10 cm³ azotanu srebra, około 2 g nadsiarczanu amonowego i ogrzewać do wrzenia do utlenienia chromu trójwartościowego do sześciowartościowego. Nadmiar nadsiarczanu amonu rozłożyć przez dodanie 5 cm³ kwasu solnego (1+1). Zawartość kolby oziębnić, dodać odmierzoną dokładnie ilość siarczanu żelazowo-amonowego (25 cm³) celem zredukowania chromu sześciowartościowego. Nadmiar siarczanu żelazowo-amonowego odmiareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasu, dodając go do zmiany barwy z seledynowej na bładoróżową utrzymującą się około 1 min. Oddzielnie należy zmiareczkować roztworem nadmanganianu potasowego taką samą ilość roztworu siarczanu żelazowo-amonowego jaką zużyto do reakcji chromu sześciowartościowego (25 cm³).

2.8.4. Obliczanie wyników. Zawartość X tlenku chromu (Cr₂O₃) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(c - k) \cdot f_5 \cdot 1,43}{a} \cdot 100 \quad (15)$$

w którym:

- c — objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do zmiareczkowania roztworu siarczanu żelazowo-amonowego (ślepej próby), cm³,
- k — objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do zmiareczkowania nadmiaru siarczanu żelazowo-amonowego w badanej próbce, cm³,
- f_5 — ilość gramów chromu odpowiadająca 1 cm³ roztworu nadmanganianu potasu,
- a — odważka próbki, g,
- 1,43 — ilość gramów tlenku chromu odpowiadająca 1 g chromu.

2.8.5. Dopuszczalna różnica między wynikami przy zawartości tlenku chromu od 2 do 5% — 0,10%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Odlewnictwa.

2. Normy związane
BN-71/4021-31 Pomocnicze materiały formierskie. Pył żuźla żelazochromowego. Chromit