

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Analiza chemiczna rud i odpadów cynkowo-ołowiowych	0818-01/08
	Oznaczanie zawartości glinu	
		Grupa katalogowa 0139

1. Zasada oznaczania — rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasów, stopienie pozostałości, zredukowanie żelaza tiosiarczanem sodowym, wydzielenie glinu w postaci benzoesu i oznaczanie go metodą kompleksometryczną przez pośrednie miareczkowanie wobec oranżu ksylenolowego jako wskaźnika.

2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,18) i roztwory 1+1 i 1+20.
- b) Kwas azotowy (1,4), roztwór 1+1.
- c) Kwas siarkowy (1,83), roztwory 1+1 i 1+100.
- d) Kwas fluorowodorowy (1,13).
- e) Kwas octowy, roztwór 80%(V/V).
- f) Amoniak (0,91) i roztwór 1+1.
- g) Nadtlenek wodoru, roztwór 30%(V/V).
- h) Węglan sodowo-potasowy bezwodny.
- i) Chlorek amonowy.
- j) Tiosiarczan sodowy, roztwór 30%(m/V).
- k) Benzoesan amonowy i roztwory: 30- i 1%(m/V).
- l) Rodanek potasowy, roztwór 1%(m/V).
- ł) Fluorek sodowy.
- m) Roztwór buforowy o pH = 5,5:200 g octanu amonowego rozpuścić w małej ilości wody i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać 10 cm³ 80% roztworu kwasu octowego, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
- n) Oranż ksylenolowy mieszanina z chlorkiem sodowym w stosunku 1:200.
- o) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminocetero-octowego (EDTA), roztwór o $c = 0,025 \text{ mol/dm}^3$ i o $c = 0,05 \text{ mol/dm}^3$: 9,31 g lub 18,62 g EDTA rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.
- p) Roztwór wzorcowy glinu: 1,000 g glinu o zawartości minimum 99,99% Al rozpuścić w 50 cm³ kwa-

su solnego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

1 cm³ roztworu zawiera 1 mg Al.

r) Chlorek cynkowy, roztwór o $c(\text{ZnCl}_2) = 0,025 \text{ mol/dm}^3$ i o $c(\text{ZnCl}_2) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$: 1,6345 g lub 3,279 g cynku o zawartości minimum 99,99% Zn rozpuścić w 20 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1), przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Miano roztworu chlorku cynkowego oznaczyć w następujący sposób: odmierzyć 20 ÷ 30 cm³ roztworu wzorcowego glinu, dodać 5 ÷ 10 cm³ 10% roztworu chlorku żelazowego, całość rozcieńczyć do objętości 200 ÷ 250 cm³, zobjętnić roztworem amoniaku do wytrącenia pierwszego osadu wodorotlenków, które następnie rozpuścić kilkoma kroplami roztworu kwasu solnego (1+1). Do tak przygotowanego roztworu dodać 2 g chlorku amonowego, 4 cm³ 80% roztworu kwasu octowego, 20 cm³ 30% roztworu tiosiarczanu sodowego i ogrzewać przez 10 min, po czym dodać 20 cm³ 30% roztworu benzoesu amonowego i gotować przez 2 min. Po opadnięciu osad odsączyć przez twardy sączek i przemyć 4-5 razy gorącym 1% roztworem benzoesu amonowego. Przesącz odrzucić, a osad spłukać gorącą wodą do tej samej kolby, dodać 15 cm³ roztworu kwasu solnego (1+1) i przemyć dodatkowo sączek 40 cm³ roztworu kwasu solnego (1+20). Roztwór uzupełnić wodą do objętości 250 cm³, dodać 50 cm³ roztworu EDTA i zagotować. Dodać szczyptę oranżu ksylenolowego i roztworami amoniaku (1+1) oraz kwasu solnego (1+1) doprowadzić do pH 6 (żółte zabarwienie), po czym dodać 20 cm³ roztworu buforowego. Po ochłodzeniu odmiareczkować nadmiar nie związanego EDTA roztworem chlorku cynkowego do słabo fioletowego zabarwienia. Następnie w celu rozłożenia

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 9 grudnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1987, poz. 10)

związku kompleksowego glinu z EDTA dodać około 0,2 g fluorku sodowego i gotować przez 5 min. Po ochłodzeniu odmiareczkować uwolniony z kompleksu EDTA roztworem chlorku cynkowego.

Miano roztworu chlorku cynkowego (K), wyrażone w gramach tlenku glinowego na 1 cm³, obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{m \cdot 1,8895}{V} \quad (1)$$

w którym:

m — zawartość glinu w odmierzonej objętości roztworu wzorcowego, g,

V — objętość roztworu chlorku cynkowego zużytego do ostatniego miareczkowania, cm³,

1,8895 — współczynnik przeliczeniowy 1 g glinu na tlenek glinowy.

3. Wykonanie oznaczenia. Odważkę 0,5 ÷ 1 g próbki umieścić w zlewce pojemności 400 cm³, zwilżyć wodą i dodać 15 ÷ 20 cm³ roztworu kwasu azotowego. Roztwór ogrzewać ostrożnie przez 15 min, dodać 10 cm³ kwasu solnego, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do rozpuszczenia. Następnie zdjąć szkiełko, dodać 50 cm³ gorącej wody, ogrzewać do wrzenia przez kilka minut i sączyć przez sączone ilościowy średni. Osad na sączku przemywać dokładnie gorącą wodą do całkowitego rozpuszczenia chlorku ołowiawego (osad A). Sączone z osadem A pozostawić, a do przesączone dodać 10 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+1) i odparować do wydzielenia par kwasu siarkowego. Ochłodzić, dodać 50 cm³ roztworu kwasu siarkowego (1+100), kilka kropli roztworu nadtlenu wodoru i ogrzewać do wrzenia przez 10 ÷ 15 min. Roztwór odstawić w chłodne miejsce na 1 h, po czym

sączyć przez twardy sączone i przemywać roztworem kwasu siarkowego (1+100) do całkowitego usunięcia jonów żelaza trójwartościowego (reakcja z rodankiem potasowym). Pozostawiony sączone z osadem A spopieścić w tyglu platynowym, zwilżyć wodą, dodać 10 cm³ kwasu fluorowodorowego, kilka kropli roztworu kwasu siarkowego (1+1) i odparować do sucha. Osad stopić z 5 ÷ 6 g węglanu sodowo-potasowego i stop rozpuścić w wodzie. Otrzymany roztwór połączyć z głównym roztworem uzyskanym po odsączeniu siarczanu ołowiawego i do połączonych roztworów dodać 2 g chlorku amonowego, amoniaku do pojawienia się pierwszego osadu wodorotlenku żelazowego, po czym osad ten rozpuścić kilkoma kroplami roztworu kwasu solnego (1+1). Następnie dodać 4 cm³ roztworu kwasu octowego, 20 cm³ roztworu tiosiarczanu sodowego i gotować przez 10 min. Dalej postępować jak przy nastawianiu miana roztworu chlorku cynkowego.

4. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku glinowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot K}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu chlorku cynkowego zużytego przy ostatnim miareczkowaniu, cm³,

K — miano roztworu chlorku cynkowego wyrażone w gramach tlenku glinowego na 1 cm³ roztworu,

m — odważka próbki, g.

5. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości tlenku glinowego:

od 0,1 do 0,5% — 0,05%,

powyżej 0,5 do 1,0% — 0,10%,

powyżej 1,0 do 5,0% — 0,15%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.

2. Dotychczas obowiązujące normy — ZN-72/MPC-MN-02832 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1987 r.

3. Autorzy projektu normy — mgr K. Zdybiewska i mgr M. Wójcik — Zakłady Górniczo-Hutnicze ORZEŁ BIAŁY.