

ODLEWNICTWO	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Analiza chemiczna mas i lunekerytów egzotermicznych <b>Oznaczanie glinu</b>	4028-01
		Grupa katalogowa III 89

## 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczenie glinu w masach i lunekerytach egzotermicznych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy oznaczaniu glinu metodą wagową z benzoesanem amonowym oraz metodą miareczkowania kompleksometrycznego. Metoda kompleksometryczna jest metodą przyspieszoną.

## 2. METODY OZNACZANIA

### 2.1. Metoda wagowa

2.1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, oddzielenie krzemionki przez odwodnienie z kwasem solnym, wytrącenie glinu benzoesanem amonowym, wyprażenie osadu do tlenku glinu i zważenie go.

#### 2.1.2. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1,19/ cz. d. a. , roztwór 1+3.  
b/ Kwas solny roztwór do przemywania 1+30.  
c/ Amoniak /0,90/, cz. d. a. , roztwór 1+3.  
d/ Roztwór buforowy: 125 g octanu sodu  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  lub 75 g octanu bezwodnego cz. d. a. rozpuścić w  $640 \text{ cm}^3$  1 n kwasu solnego. Sprawdzić pH roztworu przy użyciu potencjometru lub uniwersalnego papierka wskaźnikowego - pH powinno wynosić 4,2. W razie potrzeby dodać do roztworu 1 N kwasu solnego lub octanu sodowego dla otrzymania właściwej wartości pH roztworu.

e/ Chlorowodorek hydroksylaminy, 5-procentowy roztwór wodny.

f/ Benzoesan amonowy, roztwór 10-procentowy: rozpuścić 100 g benzoesu amonowego w  $500 \text{ cm}^3$  gorącej wody, roztwór ostudzić i dopełnić wodą do objętości  $1 \text{ dm}^3$ . Jeżeli roztwór jest mętny, należy go przesączyć. W przypadku braku benzoesu amonowego sporządzić roztwór z kwasu benzoesowego: do  $110 \text{ cm}^3$  amoniaku /0,90/ wlać  $750 \text{ cm}^3$  wody, ogrzać do temperatury  $60^\circ\text{C}$  i rozpuścić w nim 88 g kwasu benzoesowego. Po ostudzeniu dopełnić wodą do objętości  $1 \text{ dm}^3$ .

g/ Benzoesan amonowy, roztwór do przemywania: do  $25 \text{ cm}^3$  10-procentowego roztworu benzoesu amonowego dodać  $10 \text{ cm}^3$  kwasu octowego lodowatego i następnie uzupełnić wodą do objętości  $1 \text{ dm}^3$ .

h/ Kwas octowy lodowaty, cz. d. a.

i/ Kwas solny 1 N: 82 ml kwasu solnego /1,19/ rozcieńczyć wodą do objętości  $1 \text{ dm}^3$ .

2.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 50 g próbki do zlewki pojemności  $600 \text{ cm}^3$  i przykryć szkiełkiem zegarkowym. Dodawać ostrożnie porcjami  $300 \text{ cm}^3$  kwasu solnego /1,19/, a po ustaniu gwałtownej reakcji rozpuszczania podgrzać zawartość zlewki do rozpuszczenia próbki. Spłukać szkiełko zegarkowe wodą, a zawartość zlewki wraz z nierozpuszczalną pozostałością przelać ostrożnie do kolby pomiarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$ , oziębic, uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Przez suchy fałdowany sączek przesączyć część roztworu do suchej zlewki. Z przesączu tego pobrać pipetą  $10 \text{ cm}^3$  roztworu do zlewki pojemności  $250 \text{ cm}^3$ . Zawartość zlewki odparować do sucha na łaźni wodnej, zwilżyć pozostałość stężonym kwasem solnym i ponownie odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozostałość w zlewce prażyć przez 1 godz na płycie grzewczej lub suszarce w temperaturze nie przekraczającej  $135^\circ\text{C}$ . Pozostałość rozetrzeć dokładnie pręcikiem szklanym, zwilżyć  $10 \text{ cm}^3$  stężonego kwasu solnego, dodać  $100 \text{ cm}^3$  wrzącej wody i ogrzewać do rozpuszczenia soli. Wydzielony kwas krzemowy odsączyć przez sączek ilościowy, średnio-sączący, przemyć 6 + 8 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+30/ oraz czterokrotnie gorącą wodą. Przesącz zbierać do zlewki pojemności  $600 \text{ cm}^3$ , a sączek z osadem odrzucić. Do roztworu w zlewce dodawać kroplami amoniaku /1+3/ do momentu uzyskania pierwszego nie znikającego osadu, a następnie dodawać kroplami roztwór kwasu solnego /1+1/ dla wyklarowania roztworu. Do roztworu dodać  $70 \text{ cm}^3$  roztworu buforowego,  $25 \text{ cm}^3$  roztworu chlorowodoru hydroksylaminy i ogrzewać do wrzenia, utrzymując roztwór w stanie wrzenia przez 1 min. Zlewkę z

Zgłoszona przez Instytut Odlewnictwa  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Odlewnictwa dnia 19 grudnia 1967 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1968 r.  
(Mon. Pol. nr 40/1968 poz. 285)

roztworem zdjąć z płyty grzewczej, dodać  $40 \text{ cm}^3$  10-procentowego roztworu benzoesu amonowego przy ciągłym mieszaniu zawartości zlewki. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić na łaźnię wodną ogrzaną do temperatury  $60 \pm 80^\circ\text{C}$  do opadnięcia osadu. Po skoagulowaniu osadu przesączyć go bezzwłocznie przez sączek ilościowy, średniosączący i przemyć sączek z osadem 5  $\pm$  6 razy gorącym roztworem benzoesu amonowego do przemywania. Osad na sączku rozpuścić w gorącym roztworze kwasu solnego /1+3/, zbierając roztwór do zlewki, w której przeprowadzono uprzednio wytrącanie benzoesu glinu. Sączek należy przemyć bardzo starannie gorącą wodą. Powtórzyć wytrącenie glinu benzoesaniem amonowym w sposób podany powyżej, od momentu: *dodawać kroplami amoniaku*. Wydzielony benzoesan glinu przesączyć przez sączek ilościowy, średniosączący, przemyć 5  $\pm$  6 razy gorącym roztworem benzoesu amonowego do przemywania. Sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym, wysuszyć i spalać początkowo w niskiej temperaturze, aż do spopielenia sączka, następnie prażyć w temperaturze  $800 \pm 900^\circ\text{C}$  do stałej masy i po ostudzeniu zważyć.

**2.1.4. Obliczanie wyników.** Zawartość glinu  $X/\text{Al}/$  obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{(\text{Al})} = \frac{(b - c) \cdot 0,5291}{a} \cdot 100$$

w którym:

$b$  - masa tygla z osadem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , g,

$c$  - masa tygla bez osadu, g,

0,5291 - ilość gramów glinu zawarta w jednym gramie



$a$  - odważka próbki w części roztworu wziętej do oznaczania, g.

#### 2.1.5. Dokładność oznaczania

zawartość glinu	dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 10%	0,20%
powyżej 10 do 20%	0,25%
powyżej 20%	0,30%

**2.1.6. Wynik.** Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z p. 2.1.5.

#### 2.2. Metoda miareczkowania kompleksometrycznego

**2.2.1. Zasada oznaczania.** Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, miareczkowanie jonów żelaza, a następnie jonów glinu roztworem kompleksonu III wobec wskaźnika PAN.

**2.2.2. Odczynniki i roztwory.** Duża czułość metody miareczkowania kompleksometrycznego wymaga do sporządzania roztworów odczynników, roztworów mianowanych oraz rozcieńczania roztworów wody podwójnie destylowanej.

a/ Kwas solny /1, 19/ cz. d. a.

b/ Amoniak /0,90/ cz. d. a.

c/ Kwas salicylowy, 2-procentowy roztwór alkoholowy.

d/ Papierek uniwersalny wskaźnikowy.

e/ Kompleksonian miedzi: rozpuścić 2,4971 g  $\text{CuSO}_4$  w  $100 \text{ cm}^3$  wody oraz osobno 3,721 g kompleksonu III w  $100 \text{ cm}^3$  wody, następnie połączyć oba roztwory.

f/ Octan sodowy, roztwór 20-procentowy.

g/ Wskaźnik PAN, 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

h/ Komplekson III, roztwór mianowany: 3,721 g kompleksonu III rozpuścić w wodzie w kolbie miarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$ , dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Miano roztworu nastawić na czysty glin. W tym celu odważyć 0,200 g czystego glinu do zlewki pojemności  $250 \text{ cm}^3$  i rozpuścić ostrożnie w  $20 \text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego /1+1/, przykrywając zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Po rozpuszczeniu przelać zawartość zlewki do kolby miarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$ , oziębic i uzupełnić wodą do kreski.  $1 \text{ cm}^3$  tego roztworu zawiera 0,0002 g glinu. Odmierzyć biuretą 10, 20 lub  $30 \text{ cm}^3$  roztworu wzorcowego do kolby stożkowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , rozcieńczyć wodą do objętości około  $150 \text{ cm}^3$ , skontrolować pH roztworu przy pomocy papierka uniwersalnego i doprowadzić roztwór przy użyciu octanu sodowego i ewentualnie kwasu do  $\text{pH} = 3$ . Dodać 2  $\pm$  3 krople kompleksonianu miedzi, 2  $\pm$  3 krople wskaźnika PAN do wyraźnego różowego zabarwienia i miareczkować roztworem kompleksonu III jak podano w p. 2.2.3. Miano roztworu kompleksonu III /f/ wyrażone w gramach glinu na  $1 \text{ cm}^3$  obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{c \cdot 0,0002}{b}$$

w którym:

$c$  - dodana objętość roztworu wzorcowego,  $\text{cm}^3$ ,

0,0002 - zawartość glinu w  $1 \text{ cm}^3$  roztworu wzorcowego w gramach,

$b$  - objętość roztworu kompleksonu III zużytego do miareczkowania odmierzonej ilości roztworu wzorcowego,  $\text{cm}^3$ .

**2.2.3. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 50 g próbki do zlewki pojemności  $600 \text{ cm}^3$  i dalej postępować w sposób analogiczny jak w p. 2.1.3 aż do otrzymania roztworu w kolbie pomiarowej pojemności  $1 \text{ dm}^3$ . Przez suchy, fatdowany sączek przesączyć część roztworu do suchej zlewki. Z przesączu tego pobrać pipetą  $10 \text{ cm}^3$  roztworu do kolby stożkowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ . Zawartość kolby rozcieńczyć wodą do objętości około  $130 \text{ cm}^3$ , skontrolować pH roztworu za pomocą papierka uniwersalnego i doprowadzić roztwór za pomocą amoniaku i kwasu solnego do  $\text{pH} = 1,8$ . Roztwór ogrzać do temperatury  $40^\circ\text{C}$ , dodać  $5 \text{ cm}^3$  roztworu kwasu salicylowego i natychmiast miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany barwy roztworu z fio-

letowej na żółtą. Nie odnotowuje się ilości /cm<sup>3</sup>/ roztworu kompleksonu III zużytego do zmiareczkowania żelaza. Następnie roztwór doprowadzić przy użyciu octanu sodowego i ewentualnie kwasu solnego do pH = 3, dodać 2 ÷ 3 krople kompleksonianu miedzi, 2 ÷ 3 krople wskaźnika PAN do wyraźnego różowego zabarwienia, zagrzzać do wrzenia i natychmiast miareczkować kompleksonem III bardzo powoli przy energicznym mieszaniu roztworu. W trakcie miareczkowania różowa barwa poprzez fososiową przechodzi w żółtą. W czasie miareczkowania, gdy roztwór ulegnie ochłodzeniu, należy podgrzać go do wrzenia i za końcowy punkt miareczkowania przyjąć moment, w którym żółta barwa roztworu nie zmienia się na różową mimo dodawania octanu sodowego i podgrzewania.

2.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość glinu X/Al/obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{(Al)} = \frac{b \cdot f}{a} \cdot 100$$

w którym:

- b - objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania /tylko glinu/, cm<sup>3</sup>,
- f - miarno roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach glinu na 1 cm<sup>3</sup>,
- a - odważka próbki w części roztworu wziętej do oznaczenia, g.

#### 2.2.5. Dokładność oznaczania

zawartość glinu	dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 10 %	0,20 %
powyżej 10 do 20 %	0,25 %
powyżej 20 %	0,30 %

2.2.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z p. 2.2.5.

KONIEC