

ODLEWNICTWO

Analiza chemiczna mas i lunekerytów
egzotermicznych

Oznaczanie magnezu

BN-67
4028-0386
Grupa katalogowa III 89-

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie magnezu w masach i lunekerytach egzotermicznych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy oznaczaniu magnezu metodą wagową oraz metodą miareczkowania kompleksometrycznego. Metoda kompleksometryczna jest metodą dokładniejszą dla niskich zawartości magnezu.

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Metoda wagowa

2.1.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, oddzielenie krzemionki przez odwodnienie z kwasem solnym, skompleksowanie żelaza i glinu kwasem winowym. Wytrącenie magnezu w postaci fosforanu amonowo-magnezowego i przeprowadzenie go przez prażenie w pyrofosforan magnezowy.

2.1.2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas solny /1,19/ cz. d. a., roztwór 1+1,
- b/ Roztwór kwasu solnego do przemywania 1+30.
- c/ Kwas winowy, cz. d. a., stały.
- d/ Fosforan dwuamonowy $\text{NH}_4/2\text{HPO}_4$, cz. d. a., roztwór 10-procentowy.
- e/ Amoniak /0,90/ cz. d. a., roztwór 1+10.
- f/ Kwas azotowy /1,40/ cz. d. a.
- g/ Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy: 1 g fenoloftaleiny rozpuścić w 50 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego i po rozpuszczeniu dodać 50 cm³ wody.

2.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 50 g próbki do zlewki pojemności 600 cm³ i przykryć szkiełkiem zegarkowym. Dodawać ostrożnie porcjami 300 cm³ kwasu solnego /1,19/, a po ustaniu gwałtownej reakcji rozpuszczania podgrzać zawartość zlewki do rozpuszczenia próbki. Splukać szkiełko zegarkowe wodą, a zawartość zlewki wraz z nierozpuszczalną pozostałością przelać ostrożnie do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, oziębicić, uzupełnić wodą do

kreski i starannie wymieszać. Przez suchy, fałdowany sączek przelać część roztworu do suchej zlewki. Z przesączu tego pobrać pipetą 100 cm³ roztworu przy spodziewanej zawartości magnezu poniżej 1,0%, albo 50 cm³ roztworu przy zawartości magnezu 1,0 ± 5,0% lub 20 cm³ roztworu przy zawartości magnezu powyżej 5,0% do zlewki pojemności 400 cm³. 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 w suszarce w temperaturze około 135°C. Pozostałość rozetrzeć dokładnie pręcikiem szklanym, zwilżyć 10 cm³ stężonego kwasu solnego, dodać 100 cm³ wrzącej wody i ogrzewać do rozpuszczenia soli. Wydzielony kwas krzemowy odsączyć przez sączek ilościowy, średniosączący i przemyć 6 ± 8 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+30/ oraz czterokrotnie gorącą wodą. Przesącz zbierać do zlewki pojemności 1 dm³, a sączek z osadem kwasu krzemowego odrzucić. Do przesączu w zlewce dodać 10 g kwasu winowego, zubożnić amoniakiem /1+10/ w obecności fenoloftaleiny, następnie dodać 50 cm³ 10-procentowego roztworu fosforanu dwuamonowego, ogrzać do wrzenia i w temperaturze wrzenia utrzymywać roztwór przez 5 min. Po ostygnięciu roztworu dodać amoniaku /0,90/ w ilości równej około 1/7 objętości całego roztworu. Starannie wymiaszać pręcikiem szklanym zawartość zlewki, pocierając ściany zlewki pręcikiem szklanym do zapoczątkowania wytrącenia osadu. Zlewkę z wytrąconym osadem odstawić na 12 godz. Wydzielony osad odsączyć przez twardy sączek ilościowy i przemyć dokładnie zimnym roztworem amoniaku /1+10/. Sączek z osadem umieścić w zważonym tyglu porcelanowym, wysuszyć, spopielić sączek i następnie wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałej masy i po ostudzeniu zważyć. Jeżeli barwa osadu jest szara, osad w tyglu należy zwilżyć 2 ± 3 kroplami stężonego kwasu azotowego, odparować ostrożnie kwas azotowy i po całkowitym wysuszeniu osadu, ponownie wyprażyć go w temperaturze 1000°C

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)

przez 30 min, następnie po ostudzeniu zważyć tygiel z osadem.

2.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość magnezu $X/Mg/$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X/Mg/ = \frac{(b - c) \cdot 0,2185}{a} \cdot 100$$

w którym:

b - masa tygla z osadem pyrofosforanu magnezu, g,

c - masa tygla bez osadu, g,

0,2185 - ilość gramów magnezu w 1 g pyrofosforanu magnezu,

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

2.1.5. Dokładność oznaczania

zawartość magnezu	dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 1,0 %	0,10 %
powyżej 1,0 do 5,0 %	0,20 %
powyżej 5,0 %	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, usunięcie z roztworu żelaza, glinu i ewentualnie manganu przy użyciu amoniaku i nadsiarczanu amonowego. Zmiareczkowanie jonów magnezu roztworem kompleksonu III wobec czerni eriochromowej T.

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

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

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

c/ Nadsiarczan amonowy $NH_4/2S_2O_8$, stały cz. d. a.

d/ Chlorowodorek hydroksylaminy, stały, cz. d. a.

e/ Chlorowodorek trójetanoloaminy, stały, cz. d. a. 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, oziębic i odsączyć wydzielony chlorowodorek trójetanoloaminy przy użyciu lejka Büchnera, następnie przemyć 96-procentowym alkoholem etylowym i wysuszyć.

f/ Wskaźnik: 1 g czerni eriochromowej T rozetrzeć starannie w moździerzu agatowym z 100 g chlorku sodowego cz. d. a.

g/ Komplekson III, roztwór mianowany: 7,442 g kompleksonu III rozpuścić w 1 dm³ wody w kolbie pomiarowej. Miano roztworu nastawić na czysty magnez. Należy odważyć 0,5000 g czystego magnezu do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i rozpuścić w 20 cm³ kwasu solnego /1+1/. Po rozpuszczeniu oziębic i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm³ roztworu zawiera 0,001 g magnezu. Odmierzyć biuretą 10,00 lub 15,00 cm³ roztworu wzorcowego do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, rozcieńczyć wodą do 100 cm³ dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksylaminy, 0,2 g chlorowodoru trójetanoloaminy, 25 cm³ amoniaku /0,90/, około 0,05 g wskaźnika czerni eriochromowej T do wyraźnego czerwonego zabarwienia i natychmiast miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany barwy roztworu na niebieską. Miano roztworu kompleksonu III /f/ wyrażone w gramach magnezu na 1 cm³ obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{c \cdot 0,001}{b}$$

w którym:

c - dodana objętość roztworu wzorcowego, cm³,

0,001 - zawartość magnezu 1 cm³ roztworu wzorcowego, g,

b - objętość roztworu kompleksonu III zużytego do zmiareczkowania odmierzanej ilości roztworu wzorcowego, cm³.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 50 g próbki do zlewki pojemności 600 cm³ i dalej postępować w sposób analogiczny jak p. 2.1.3 aż do otrzymania roztworu w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³. Przez suchy fatdowany sączek przesączyć część roztworu do suchej zlewki. Z przesączu tego pobrać pipetą 50 cm³ roztworu przy spodziewanej zawartości magnezu poniżej 1% lub 20 cm³ roztworu przy zawartości magnezu 1,0 ÷ 5,0% lub 10 cm³ roztworu przy zawartości magnezu powyżej 5,0% - do zlewki pojemności 400 cm³. Rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm³, dodać amoniaku /0,90/ do reakcji alkalicznej, 1,0 g nadsiarczanu amonowego i silnie gotować przez 10 min do wydzielenia wodorotlenków żelaza, manganu i glinu oraz rozłożenia nadmiaru nadsiarczanu amonu. Odsączyć wydzielony osad przez sączek ilościowy średni i zebrać przesącz do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³. Przesącz zachować do dalszego postępowania. Pod sączek z osadem podstawić zlewkę, w której przeprowadzono wytrącenie wodorotlenków, i rozpuścić osad na sączku gorącym roztworem kwasu solnego /1+1/. Po dodaniu porcji kwasu sączek przemyć gorącą wodą, jeszcze raz przemyć gorącym kwasem solnym /1+1/ i następnie gorącą wodą. Nie jest konieczne całkowite odmycie sączka z soli żelaza. Roztwór w zlewce rozcieńczyć wodą do objętości 150 cm³, dodać

amoniaku /0,90/ i ponownie wytrącić wodorotlenki jak wyżej. Odsączyć wydzielony osad przez sączek ilościowy średni, zbierając przesącz do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, zawierającej uprzednio otrzymany przesącz. Osadu na sączku nie przemywać i sączek z osadem odrzucić. Roztwór w kolbie uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Pobrać pipetą 100 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksyoaminy, 0,2 g chlorowodoru trójetanoloaminy, 25 cm³ amoniaku /0,90/, około 0,05 g wskaźnika czerni eriochromowej T do wyraźnego czerwonego zabarwienia i natychmiast miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany barwy roztworu na niebieską.

2.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość magnezu X/Mg/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{/Mg/} = \frac{b \cdot f}{a} \cdot 100$$

w którym:

- b – objętość roztworu kompleksonu III zużytego do miareczkowania, cm³,
 f – miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach magnezu na 1 cm³,
 a – odważka próbki w części roztworu wziętej do oznaczenia, g.

2.2.5. Dokładność oznaczania

zawartość magnezu	dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 1,0%	0,08%
powyżej 1,0 do 5,0%	0,15%
powyżej 5,0%	0,20%

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

KONIEC