

ODLEWNICTWO	NORMA BRANŻOWA	
	<b>Brązotopy i mosiądzotopy do stopów miedzi</b> Analiza chemiczna	
	<b>BN-76</b> <b>4028-08</b>	
Zamiast BN-68/4028-08 <span style="float: right;">86</span>		
Grupa katalogowa III 89-		

## 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody oznaczania składników chemicznych brązotopów wg BN-76/4022-08 i mosiądzotopów wg BN-76/4022-09 przeznaczonych do odlewniczych stopów miedzi.

### 1.2. Zakres stosowania metod

Oznaczenie	Metoda oznaczania	Zakres stosowania	Opis metody wg
Dwutlenku krzemu ( $\text{SiO}_2$ )	wagowa	Mosiądzotop 1	2.2.1
	miareczkowa	Brązotop 1	2.2.2
Fluorku wapniowego ( $\text{CaF}_2$ )	miareczkowa	Brązotop 1	2.3
Tlenku wapniowego ( $\text{CaO}$ )	miareczkowa	Brązotop 1	2.4
Dwutlenku manganu ( $\text{MnO}_2$ )	miareczkowa	Mosiądzotop 1 Brązotop 1	2.5
Fluorku sodowego ( $\text{NaF}$ )	fotometrii płomieniowej	Mosiądzotop 1 Brązotop 1	2.6
Fluoru	miareczkowa	Brązotop 2	2.7
Chloru	miareczkowa	Brązotop 2	2.8

## 2. METODY BADAŃ

### 2.1. Wytyczne ogólne

2.1.1. Czystość odczynników. Odczynniki powinny mieć stopień czystości ch.cz. W przypadku braku odczynników o podanym stopniu czystości, dopuszcza się używanie odczynników o stopniu czystości cz.d.a. Do przygotowania roztworów i wykonywania oznaczeń należy używać wodę destylowaną.

2.1.2. Dokładność ważenia. Jeżeli w wymaganiach szczegółowych nie podano inaczej, próbki do analizy należy ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.1.3. Przygotowanie próbki do badań - wg PN-67/C-04500. Próbkę należy wysuszyć w temperaturze  $105^\circ\text{C}$  do stałej masy a następnie utrzeć w moździerzu agatowym.

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

### 2.2. Oznaczanie zawartości dwutlenku krzemu

#### 2.2.1. Metoda wagowa

2.2.1.1. Zasada metody. Związanie fluoru za pomocą kwasu borowego, rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, wydzielenie kwasu krzemowego przez odparowanie z kwasem solnym, wyprażenie do dwutlenku krzemu, zważenie wyprażonego osadu.

#### 2.2.1.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas borowy, stały.
- Kwas solny (1,19), roztwór 1+30.
- Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+4.
- Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

2.2.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,5 g próbki przygotowanej wg 2.1.3, przenieść do parownicy porcelanowej, dodać 1 g kwasu borowego,  $10\text{ cm}^3$  wody i ogrzewać około 30 min na łaźni wodnej. Oziębnić, dodać  $10\text{ cm}^3$  kwasu solnego (1,19) i ogrzewać nadal do całkowitego rozpuszczenia próbki. Zawartość parownicy odparować do sucha, zwilżyć kwasem solnym (1,19) i ponownie odparować do sucha. Parownicę z suchą pozostałością ogrzewać przez 1 h w temperaturze  $130^\circ\text{C}$ , a następnie pozostałość zwilżyć  $10\text{ cm}^3$  kwasu solnego (1,19), dodać  $100\text{ cm}^3$  gorącej wody i ogrzewać do rozpuszczenia soli. Wydzielony osad

Zgłoszona przez Instytut Odlewnictwa Ministerstwa Przemysłu Maszyn Ciężkich i Rolniczych – Kraków  
 Usianowiona przez Dyrektora Instytutu Odlewnictwa dnia 30 grudnia 1976 r.  
 jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 stycznia 1978 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 12/1977 poz. 42)

kwasu krzemowego przesączyć przez sączek średniosączący i przemyć 6 ÷ 8 razy gorącym roztworem kwasu solnego (1+30) oraz kilkakrotnie gorącą wodą do usunięcia jonów chloru. Przesącz odparować w parownicy do sucha i następnie suchą pozostałość ogrzewać przez 1 h w temperaturze 130°. Pozostałość zwilżyć kwasem solnym, dodać gorącej wody i postępować jak podano wyżej.

Obydwa sączki z osadami przenieść do tygla platynowego, wysuszyć, spalić początkowo w niskiej temperaturze, a następnie wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałej masy. Osad w tyglu zwilżyć wodą dodać 3 ÷ 4 krople roztworu kwasu siarkowego (1+4), około 5 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i odparować do usunięcia dymów kwasu siarkowego. Tygiel z pozostałością wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałej masy.

2.2.1.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość dwutlenku krzemu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b-c}{a} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- b- masa tygla wraz z osadem, g,
- c- masa tygla z zanieczyszczeniami po odpędzeniu dwutlenku krzemu z kwasem fluorowodorowym, g,
- a - odważka badanej próbki, g,

2.2.1.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości dwutlenku krzemu powyżej 15% - 0,25%.

### 2.2.2. Metoda miareczkowa

2.2.2.1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i nadtlenku wodoru, wytworzenie krzemofluorku potasu przez dodanie nasyconego roztworu chlorku i kwasu fluorowodorowego, odsączenie wydzielonego osadu krzemofluorku potasu i zmiareczkowanie mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

### 2.2.2.2. Naczynia laboratoryjne

- a) Zlewka pojemności 250 cm<sup>3</sup> z tworzywa syntetycznego (polistyrenu lub winiduru).
- b) Tygiel z dnem dziurkowanym pojemności 30 ÷ 50 cm<sup>3</sup> z tworzywa syntetycznego (polistyrenu lub winiduru).
- c) Naczynie do odmierzania kwasu fluorowodorowego pojemności około 15 cm<sup>3</sup> z tworzywa syntetycznego (polistyrenu lub winiduru).
- d) Pręcik o średnicy około 5 mm z tworzywa syntetycznego (polistyrenu lub winiduru).

### 2.2.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1 oraz 0,5N. Kwas solny, roztwór 0,5N: przygotować z fiksanalu lub odmierzyć 41,5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,19) rozciąć w kolbie pomiarowej do objętości 1000 cm<sup>3</sup> i dokładnie wymieszać. Stężenie roztworu kwasu solnego ustalić na 0,5N roztwór

węglanu sodowego. Odważyć 6,6250 g wysuszonego w temperaturze 300°C bezwodnego węglanu sodowego, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać dokładnie (biuretą lub pipetą) 25 cm<sup>3</sup> tego roztworu do kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i miareczkować 0,5N roztworem kwasu solnego wobec fenoloftaleiny do zaniku różowego zabarwienia. Współczynnik normalności 0,5N roztworu kwasu solnego (f<sub>1</sub>) obliczyć wg wzoru

$$f_1 = \frac{25}{V} \quad (2)$$

w którym:

- 25 - objętość 0,5N roztworu węglanu sodowego pobranego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- V- objętość zużytego do miareczkowania roztworu kwasu solnego, cm<sup>3</sup>.

b) Nadtlenek wodoru, roztwór 30-procentowy.

c) Chlorek potasu, roztwór nasycony.

d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

e) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy: 1 g fenoloftaleiny rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego i uzupełnić wodą do 100 cm<sup>3</sup>.

f) Wodorotlenek sodowy; roztwór 0,5N: 20 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w wodzie, oziębic, przelać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie roztworu wodorotlenku sodowego nastawić na mianowany 0,5N roztwór kwasu solnego wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika. Odmierzyć dokładnie 25 cm<sup>3</sup> 0,5N roztworu kwasu solnego do kolby stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 4 ÷ 5 kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,5N roztworem wodorotlenku sodowego do różowego zabarwienia roztworu. Współczynnik normalności 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego (f<sub>2</sub>) obliczyć wg wzoru

$$f_2 = \frac{25 \cdot f_1}{V_1} \quad (3)$$

w którym:

- 25 - objętość 0,5N roztworu kwasu solnego pobranego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

f<sub>1</sub>- współczynnik normalności 0,5N roztworu kwasu solnego obliczony wg wzoru (2),

V<sub>1</sub>- objętość zużytego do miareczkowania 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego, cm<sup>3</sup>.

2.2.2.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 0,500 g próbki, umieścić w zlewce z tworzywa syntetycznego pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 30 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+1) i kilka kropli nadtlenku wodoru. Nie ogrzewać. Podczas rozpuszczania roztwór w zlewce od czasu do czasu zamieszać. Temperatura roztworu nie powinna przekraczać 30°C. Do oziębionego roztworu dodać 50 cm<sup>3</sup> zimnego, nasyconego roztworu chlorku potasowego, zamieszać, ochłodzić w

strumieniu zimnej wody, dodać 15 cm<sup>3</sup> kwasu fluorowodorowego i mieszać pręcikiem z tworzywa syntetycznego przez 1 min a następnie pozostawić na 3 h. Na dnie tygla z tworzywa syntetycznego umieścić krążek z sączka średnioczącego a następnie masę sączkową, ubijając ją pręcikiem do grubości warstwy 5 mm. Tygiel przemyć, przy użyciu pompy wodnej, kilkakrotnie nasyconym roztworem chlorku potasowego. Odsączyć wydzielony osad krzemofluorku potasu, przemyć kilkakrotnie nasyconym roztworem chlorku potasowego, wymywając resztki osadu ze zlewki za pomocą kawałków bibuły sączkowej. Masę sączkową wraz z osadem przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, w której znajduje się 150 cm<sup>3</sup> gorącej wygotowanej wody, potrząsnąć kolbą celem rozbicia masy sączkowej, następnie gotować 1 min i miareczkować na gorąco 0,5N roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny do pojawienia się trwałego różowego zabarwienia roztworu. Temperatura miareczkowanego roztworu powinna utrzymywać się powyżej 85°C. Jednocześnie z właściwym oznaczeniem należy wykonać ślepą próbę, tzn. przeprowadzić cały tok oznaczania bez próbki.

2.2.2.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość dwutlenku krzemu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = 1,50335 \cdot (V_2 - V_3) \cdot f_2 \quad (4)$$

w którym:

- 1,50335 - ilość dwutlenku krzemu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego przy odważce próbki 0,500 g, %
- V<sub>2</sub> - objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania próbki, cm<sup>3</sup>
- V<sub>3</sub> - objętość 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do zmiareczkowania ślepej próbki, cm<sup>3</sup>
- f<sub>2</sub> - współczynnik normalności 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego obliczonego wg wzoru (3).

2.2.2.6. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości dwutlenku krzemu powyżej 15% - 0,3%.

### 2.3. Oznaczanie zawartości fluorku wapniowego

2.3.1. Zasada metody. Przy oznaczaniu zawartości fluorku wapniowego, należy uwzględnić zawartość fluoru związanego z sodem, ponieważ tlenek wapniowy będący składnikiem topnika wiąże się z fluorkiem sodowym, tworząc fluorek wapniowy. Zasada metody polega na oddzieleniu sumy fluorku wapniowego znajdującego się w próbce i fluorku wapniowego powstałego na skutek reakcji fluorku sodowego z tlenkiem wapniowym od niezwiązanego tlenku wapniowego działaniem kwasu octowego, przeprowadzeniu fluorku wapniowego w rozpuszczalny chlorek wapniowy za pomocą chlorku glinowego, wydzieleniu wapnia w postaci

szcawianu wapniowego i miareczkowym oznaczaniu mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego. Zawartość procentową fluorku wapniowego oblicza się jako różnicę oznaczonego całkowitego fluorku wapniowego oraz powstałego na skutek reakcji tlenku wapniowego z fluorkiem sodowym.

#### 2.3.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas octowy lodowaty, roztwór 10-procentowy.
- b) Chlorek glinowy, roztwór 8-procentowy.
- c) Kwas szczawiowy, stały, roztwór 5-procentowy.
- d) Oranz metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- e) Azotniak (0,90).
- f) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.

g) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany 0,1N: odważyć 3,2 g nadmanganianu potasowego na każde 1000 cm<sup>3</sup> roztworu, rozpuścić w wodzie, gotować 15 min i następnie odstawić. Po 14 dniach roztwór przesączyć przez lejek z watą szklaną. Przechowywać w butlach z ciemnego szkła. Stężenie roztworu nastawić na szczawian sodowy: odważyć 0,3350 g szczawianu sodowego, wysuszonego w temperaturze 105°C, rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody, ogrzać do temperatury 80°C, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego (1+1) i miareczkować na gorąco roztworem nadmanganianu potasowego do uzyskania różowego zabarwienia, nie znikającego w ciągu 0,5 min. Współczynnik normalności 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego (f<sub>3</sub>) obliczyć wg wzoru

$$f_3 = \frac{50}{V} \quad (5)$$

w którym:

- 50 - objętość ściśle 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego odpowiadająca 0,3350 g szczawianu sodowego, cm<sup>3</sup>;
- V - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do zmiareczkowania 0,3350 g szczawianu sodowego, cm<sup>3</sup>.

2.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,000 g próbki i umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>. Dodać 40 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu kwasu octowego i ogrzewać 1 h na łaźni wodnej, mieszając od czasu do czasu zawartość zlewki pręcikiem szklanym. Odsączyć osad fluorku wapniowego z nierozpuszczoną pozostałością przez twardy sączek, przemyć kilkakrotnie osad na sączku małymi porcjami zimnej wody, ubierając przesącz do zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup>. Zachować przesącz do oznaczania niezwiązanego tlenku wapniowego. Sączek wraz z osadem przenieść do zlewki, w której przeprowadzono rozpuszczanie, rozdrobnić szklanym pręcikiem, dodać 40 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku glinowego. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 1 h, często mieszając i uzupełniając zawartość zlewki wodą w miarę wyparowywania do pier-

wotnej objętości roztworu. Odsączyć przez twardy sączek, zbierając przesącz w zlewce pojemności 400 cm<sup>3</sup>. Przemycić 8 + 10 razy gorącą wodą. Do przesączu dodać 2 g kwasu szczawiowego, ogrzać do wrzenia, dodać 2 krople wskaźnika oranżu metylowego i kroplami amoniaku doprowadzić do zmiany barwy roztworu na żółtą. Nadmiar amoniaku zobojętnić 5-procentowym roztworem kwasu szczawiowego, dodając go kroplami do uzyskania czerwonego koloru roztworu. Zawartość zlewki gotować 5 min, pozostawić w temperaturze 80°C do opadnięcia osadu. Odsączyć przez twardy sączek, osad wymyć ze zlewki, przemycić sączek wraz z osadem wodą o temperaturze około 60°C do zaniku reakcji na kwas szczawiowy. Osad spłukać silnym strumieniem wody do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego (1+1), ogrzać do temperatury 80°C i gorący roztwór miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego do różowego zabarwienia. Dołączyć sączek, dokładnie zamieszać i ponownie miareczkować do różowego zabarwienia roztworu.

2.3.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość fluorku wapniowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{f_3 \cdot V_1 \cdot 0,3904 - \text{NaF} \cdot 0,9297}{a} + 0,25 \quad (6)$$

w którym:

- $f_3$ - współczynnik normalności 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego obliczony wg wzoru (5),
- $V_1$ - objętość 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do zmiareczkowania szczawianu wapnia, cm<sup>3</sup>,
- 0,3904 - ilość fluorku wapniowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego, %,
- NaF - zawartość fluorku sodowego w badanej próbce, %,
- 0,9297 - ilość fluorku wapniowego odpowiadająca 1 g fluorku sodowego, g,
- $a$  - odważka badanej próbki, g,
- 0,25 - poprawka na rozpuszczalność fluorku wapniowego w kwasie octowym wyznaczona eksperymentalnie, %.

2.3.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości fluorku wapniowego powyżej 15% - 0,20%.

## 2.4. Oznaczanie tlenku wapniowego

2.4.1. Zasada metody. Przy oznaczaniu tlenku wapniowego należy uwzględnić zawartość fluorku sodowego w próbce, ponieważ część tlenku wapniowego wiąże się z fluorkiem sodowym wchodzącym w skład topnika, tworząc fluorek wapniowy. Zasada polega na oznaczaniu wapnia w przesączu po oddzieleniu fluorku wapniowego, przez miareczkowanie mianowanym roztworem nadmanganianu potasowe-

go po uprzednim wydzieleniu go w postaci szczawianu wapnia i obliczeniu całkowitego tlenku wapniowego przez zsumowanie oznaczonego wolnego tlenku wapniowego i tlenku wapniowego równoważnego zawartości fluorku sodowego w próbce.

### 2.4.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.
- b) Szczawian amonu, roztwór nasycony.
- c) Czerwień metylowa, roztwór 0,2-procentowy alkoholowy.
- d) Amoniak (0,90).
- e) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.
- f) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany 0,1N, zgodnie z 2.3.2g).

2.4.3. Wykonanie oznaczania. Do przesączu po oddzieleniu fluorku wapniowego zgodnie z 2.3.3, dodać 2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+1), ogrzać do wrzenia, dodać 2 + 3 krople roztworu czerwieni metylowej, 25 cm<sup>3</sup> nasyconego roztworu szczawianu amonu i mieszając dodawać kroplami amoniak (0,90) do zmiany barwy roztworu na żółtą i 2 + 3 krople w nadmiarze. Ogrzewać w temperaturze 80°C przez 20 min. Odstawić do opadnięcia osadu. Odsączyć przez twardy sączek, wymyć osad ze zlewki, przemycić wodą o temperaturze 60°C do zaniku reakcji na jony szczawianowe. Osad spłukać silnym strumieniem wody do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego (1+1), ogrzać do temperatury 80°C i gorący roztwór miareczkować do różowego zabarwienia mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego, następnie wrzucić do roztworu sączek, dokładnie wymieszać i miareczkować nadal do ponownego różowego zabarwienia roztworu.

2.4.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tlenku wapniowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{f_3 \cdot V \cdot 0,2804 + \text{NaF} \cdot 0,6676}{a} - 0,18 \quad (7)$$

w którym:

- $f_3$  - współczynnik normalności 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego obliczony wg wzoru (5),
- $V$  - objętość 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do zmiareczkowania próbki, cm<sup>3</sup>,
- 0,2804 - ilość tlenku wapniowego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego, g,
- NaF - zawartość fluorku sodowego w badanej próbce, %,
- 0,6676 - ilość tlenku wapniowego odpowiadająca 1 g fluorku sodowego, g,
- $a$  - odważka badanej próbki, g,
- 0,18 - poprawka na rozpuszczalność fluorku wapniowego w kwasie octowym w przeliczeniu na tlenek wapniowy, %.

2.4.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości tlenku wapnia 10% - 15%.

## 2.5. Oznaczanie dwutlenku manganu

2.5.1. Zasada metody. Rozpuszczenie próbki w mieszaninie kwasu solnego i azotowego. Wydzielenie z roztworu składników przeszkadzających za pomocą zawiesiny tlenku cynku, zmiareczkowanie manganu mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego.

### 2.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina kwasów do rozpuszczania: do 100 cm<sup>3</sup> wody dodać 50 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,19) i 50 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,42) i dokładnie wymieszać.

b) Tlenek cynku, zawiesina wodna: 50 g tlenku cynku wolnego od manganu i składników redukujących, zmieszać dokładnie z 500 cm<sup>3</sup> wody.

c) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany około 0,1N: odważyć 3,20 g nadmanganianu potasowego, rozpuścić w 1000 cm<sup>3</sup> wody, gotować 15 min i odstawić w ciemnym miejscu na 2 tygodnie. Po upływie tego czasu roztwór przesączyć przez lejek z watą szklaną, unikając zetknięcia z substancjami organicznymi. Roztwór przechowywać w ciemnej butli z doszlifowanym korkiem. Miano roztworu nastawić na próbkę o znanej zawartości manganu, najlepiej żelazomanganu, postępując w sposób zgodny z 2.5.3. Miano 0,1N roztworu nadmanganianu potasowego (K) wyrażone w procentach dwutlenku manganu na 1 cm<sup>3</sup> obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{a \cdot c \cdot 1,583}{V} \quad (8)$$

w którym:

a - odważka próbki wzorcowej, g,

c - zawartość manganu w próbce wzorcowej, %,

1,583 - ilość dwutlenku manganu odpowiadająca 1 g manganu, g,

V - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do zmiareczkowania próbki wzorcowej, %.

2.5.3. Wykonanie oznaczania. Przy zawartości manganu do 30% odważyć 1,000 g próbki - powyżej 30% odważyć 0,500 g próbki, umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów, przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia próbki. Oziębić zlewkę, splukać szkiełko wodą, zawartość zlewki przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 50 cm<sup>3</sup> roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do objętości około 100 cm<sup>3</sup>, ogrzać do temperatury około 80°C, a następnie dodawać zawieszinę tlenku cynku do całkowitego wytrącenia zawartych w próbce wapnia, żelaza, glinu i innych pierwiastków, zwracając uwagę, aby nadmiar tlenku cynku nie był zbyt du-

ży. Rozcieńczyć wodą do objętości około 300 cm<sup>3</sup>, ogrzać do wrzenia i gorący roztwór miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego. Jeżeli nie jest znana przybliżona zawartość dwutlenku manganu w próbce, wykonać trzy równoległe oznaczenia, traktując pierwsze miareczkowanie jako orientacyjne. Miareczkowanie przeprowadzić w następujący sposób: dodać prawie całą porcję nadmanganianu potasowego, a pod koniec po dwie krople. Po dodaniu każdej porcji nadmanganianu potasowego należy bardzo dokładnie wstrząsnąć zawartością kolby, chwilę odczekać, aż osad opadnie. Miareczkowanie zakończyć, gdy różowe zabarwienie roztworu nad osadem utrzymuje się przez 30 s.

2.5.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość dwutlenku manganu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{K \cdot V}{a} \quad (9)$$

w którym:

K - miano roztworu nadmanganianu potasowego wyrażone w procentach dwutlenku manganu na 1 cm<sup>3</sup> obliczone wg wzoru (8),

V - objętość mianowanego roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania próbki, cm<sup>3</sup>,

a - odważka badanej próbki, g.

2.5.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości manganu:

do 30% - 0,15%,

powyżej 30% - 0,25%.

## 2.6. Oznaczanie fluorku sodowego

2.6.1. Zasada metody. Wzbudzenie w płomieniu palnika acetylenowo-powietrznego rozpylonych roztworów badanych próbek i wzorców, pomiar natężenia promieniowania za pomocą galwanometru, wykonanie wykresów, odczytanie z wykresów zawartości sodu w próbce i przeliczenie uzyskanej zawartości na fluorek sodowy.

### 2.6.2. Aparatura

a) Fotometr płomieniowy Zeiss - Model III.

b) Filtr dla sodu Na59.

c) Galwanometr skalowy Zeiss o czułości  $5,99 \cdot 10^{-10}$  A/skalę.

d) Butla ze stężonym powietrzem i acetylenem, zaopatrzone w reduktory i regulatory ciśnienia.

### 2.3.6. Odczynniki i roztwory

a) Węglan sodowy, bezwodny.

b) Węglan wapnia, bezwodny.

c) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.

d) Kwas fluorowodorowy, roztwór 40-procentowy.

e) Nadtlenek wodoru, roztwór 30-procentowy.

f) Wzorcowy roztwór sodu: odważyć 2,3047 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

wysuszonego do stałej masy w temperaturze  $110^{\circ}\text{C}$ , rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności  $1000\text{ cm}^3$ . Dodać  $30\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego (1+1) i uzupełnić wodą do kreski.  $1\text{ cm}^3$  tak przygotowanego roztworu zawiera  $0,001\text{ g}$  sodu.

g) Wzorcowy roztwór wapnia: odważyć  $2,4973\text{ g CaCO}_3$  wysuszonego do stałej masy w temperaturze  $110^{\circ}\text{C}$ , rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności  $1000\text{ cm}^3$ . Dodać  $30\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego (1+1) i uzupełnić wodą do kreski.  $1\text{ cm}^3$  tak przygotowanego roztworu zawiera  $0,001\text{ g}$  wapnia.

2.6.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej dla mosiądztotu. Do kolb pomiarowych pojemności  $100\text{ cm}^3$  odmierzyć za pomocą mikrobiurety i biurety: 1; 2; 5; 10; 15; 20; 25 i  $30\text{ cm}^3$  wzorcowego roztworu sodu. Do każdej kolby dodać  $20\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego (1+1), uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Seria roztworów wzorcowych zawiera w przeliczeniu na odważkę próbki ( $0,1\text{ g}$ ) od  $1 \pm 30\%$  sodu.

2.6.5. Przygotowanie krzywej wzorcowej dla brązo-  
pu. Do kolb pomiarowych pojemności  $100\text{ cm}^3$  odmierzyć za pomocą mikrobiurety i biurety: 1; 2; 5; 10; 15; 20; 25 i  $30\text{ cm}^3$  wzorcowego roztworu sodu. Do każdej kolby dodać w odwrotnej kolejności: 30; 25; 20; 15; 10; 5; 2 i  $1\text{ cm}^3$  wzorcowego roztworu wapnia,  $20\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego (1+1), uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Seria roztworów wzorcowych zawiera w przeliczeniu na odważkę próbki ( $0,1\text{ g}$ ) od  $1 \pm 30\%$  sodu i zmienne zawartości wapnia.

2.6.6. Przygotowanie roztworów próbek mosiądztotu i brązo-  
pu. Odważyć  $0,1\text{ g}$  próbki, przenieść do parownicy platynowej, dodać  $5\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego (1+1) i 2 + 3 krople nadtlenu wodoru. Po rozpuszczeniu próbki dodać kilka kropli kwasu fluorowodorowego i odparować do sucha. Po odparowaniu oziębic, dodać  $20\text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego (1+1) i ogrzać do całkowitego rozpuszczenia soli, a następnie odsączyć przez sączek średniosączący od osadu kwasu krzemowego i przemyć gorącą wodą. Przesącz zebrać do kolby pomiarowej pojemności  $100\text{ cm}^3$  i uzupełnić wodą do kreski, oraz wymieszać. Należy przygotować co najmniej dwa równoległe roztwory. Równocześnie z próbkami wykonać ślepią próbę.

2.6.7. Wykonanie oznaczania. Podłączyć fotometr do galwanometru, napełnić rurkę syfonową wodą, włączyć dopływ powietrza, a następnie acetyleny i zapalić palnik. Za pomocą regulatorów ciśnienia ustalić nadciśnienie powietrza na  $0,05\text{ MPa}$ , a ciśnienie acetyleny na  $600\text{ Pa}$ . Uzyskuje się wówczas równo palący płomień, a liczba kropli spadających przez syfonową rurkę wynosi około 60/min. Rozpylać wodą przez 15 min, ustalając równowagę w skła-

dzie pomiarowym. Blendę żrenicową nastawić na 50 oraz założyć filtr dla sodu Na59. Włączyć galwanometr i nastawić punkt 0 na skali galwanometru. Fotometrowanie rozpocząć od odczytania na skali galwanometru wychylenia jakie daje woda lub ślepa próba. Następnie fotometrować serię wzorców oraz próbek, zlewając kolejno badane roztwory do naczynia pomiarowego, przepłukując naczynie za każdym razem porcją fotometrowanego roztworu. Fotometrowanie należy przeprowadzić trzykrotnie.

Po zakończeniu pomiarów rozpylać wodę przez parę minut, oczyszczając rozpylacz i palnik od soli analizowanych roztworów. Wyłączyć dopływ gazów, przy czym w pierwszej kolejności wyłączyć acetylen a następnie powietrze.

2.6.8. Obliczanie wyniku oznaczania. Z trzykrotnych pomiarów fotometrowania obliczyć średnie odchylenie galwanometru dla serii wzorców oraz próbek, odejmując poprawkę na wodę i uwzględniając ślepią próbę. Na podstawie serii wzorców wykonać wykres, nanosząc na osi rzędnych wartość wychylenia galwanometru, a na osi odciętych zawartość sodu w procentach w przeliczeniu na odważkę próbki ( $0,1\text{ g}$ ). Znając wartości wychylenia galwanometru dla próbek odczytać zawartość sodu w procentach i przeliczyć na fluorek sodowy X wg wzoru

$$X = a \cdot 1,826 \quad (10)$$

w którym:

a - zawartość sodu odczytana z wykresu, %,   
1,826 - ilość fluoru sodu odpowiadająca  $1\text{ g}$  sodu, g.

2.6.9. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń -  $0,30\%$ .

## 2.7. Oznaczanie zawartości fluoru

2.7.1. Zasada metody. Wylugowanie próbki w gorącej wodzie, odsączenie nierozpuszczalnych części i stopienie z węglanem sodowo-potasowym i dwutlenkiem krzemowym. Wylugowanie stopu wodą, odsączenie skoagulowanych krzemianów i wytrącenie w połączonych przesączach fluoru za pomocą mianowanego roztworu octanu wapnia, zmiareczkowanie niezwiązanego wapnia roztworem wersenianu sodowego.

### 2.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Dwutlenek krzemowy, stały.

b) Octan wapniowy, roztwór mianowany  $0,1\text{M}$ :  $17,618\text{ g Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  rozpuścić w około  $450\text{ cm}^3$  wody, dodać  $60\text{ cm}^3$  kwasu octowego lodowatego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności  $1000\text{ cm}^3$ , dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Miano roztworu octanu wapniowego nastawić na roztwór wersenianu dwusodowego. Odmierzyć  $25\text{ cm}^3$  roztworu octanu wapniowego kolby stożkowej pojemności  $500\text{ cm}^3$ , rozcieńczyć wodą do objętości  $100 \pm 150\text{ cm}^3$ , dodać  $10\text{ cm}^3$  roztworu trójetanoloaminy

(1+1) i 20 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu wodorotlenku potasowego oraz około 0,1 g kalcesu. Następnie miareczkować 0,05M roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwono-fioletowej na czysto niebieską. Miano roztworu octanu wapniowego ( $K_1$ ) wyrażone w gramach wapnia na 1 cm<sup>3</sup> roztworu obliczyć wg wzoru

$$K_1 = \frac{V_1 \cdot K_2}{V} \quad (11)$$

w którym:

- $V_1$  - objętość roztworu wersenianu dwusodowego 0,05M zużytego do miareczkowania roztworu octanu wapnia, cm<sup>3</sup>,
- $K_2$  - miano 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego wyrażone w gramach wapnia na 1 cm<sup>3</sup> roztworu wersenianu dwusodowego, obliczone wg wzoru (12),
- $V$  - objętość roztworu octanu wapniowego pobranego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>.
- c) Kwas octowy lodowaty.
- d) Wodorotlenek potasowy, roztwór 20-procentowy.
- e) Węglan sodowo-potasowy, stały.
- f) Trójetanoloamina, roztwór 1+1.
- g) Kalces, wskaźnik: 1,5 g kalcesu utrzyć w moździerzu porcelanowym z 100 g chlorku sodowego.

h) Wersenian dwusodowy (Komplekson III). Przygotować roztwór 0,05M z fiksanału, a w przypadku braku fiksanału odważyć 18,612 g wersenianu dwusodowego, rozpuścić w wodzie, a następnie rozcieńczyć wodą do objętości 1000 cm<sup>3</sup> w kolbie pomiarowej. Miano roztworu wersenianu dwusodowego nastawić w następujący sposób: odważyć 1,0000 g metalicznego cynku (99,99%) o nieutlenionej powierzchni, przenieść do zlewki i rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1,19). W czasie rozpuszczania zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym. Przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm<sup>3</sup> tak sporządzonego roztworu zawiera 0,001 g cynku.

Pobrać pipetą 20 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego cynku do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać około 80 cm<sup>3</sup> wody, 20 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu octanu sodowego oraz około 0,1 g oranżu ksylenolowego. Miareczkować sporządzonym roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z czerwonej na żółtą (pod koniec przeprowadzić miareczkowanie powoli). Miano roztworu wersenianu dwusodowego ( $K_2$ ) wyrażone w gramach wapnia na 1 cm<sup>3</sup> roztworu obliczyć wg wzoru

$$K_2 = \frac{a \cdot 0,6130}{V_2} \quad (12)$$

w którym:

- $a$  - masa cynku zawarta w pobranym do miareczkowania roztworze wzorcowym, g,

0,6130 - ilość wapnia odpowiadająca 1 g cynku, g,

$V_2$  - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania wzorca, cm<sup>3</sup>.

- i) Oranż ksylenolowy, wskaźnik: 1 g oranżu ksylenolowego utrzyć w moździerzu ze 100 g chlorku sodowego.
- j) Cynk metaliczny (99,99%), granulki lub laski.
- k) Octan sodowy, roztwór 20-procentowy.
- l) Kwas solny (1,19), roztwór 1+1.

**2.7.3. Wykonanie oznaczenia.** Odważyć 0,500 g próbki, przenieść do wysokiej zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup> i ługować wodą pod szkiełkiem zegarkowym na gorącej łaźni 5 + 10 min. Nie rozpuszczoną pozostałość odsączyć przez średniosączący sączek, przemyć kilkakrotnie gorącą wodą, zbierając przesącz w zlewce pojemności 600 cm<sup>3</sup>. Osad wraz z sączkiem wysuszyć w temperaturze 105°C, a następnie przenieść możliwie największą ilość osadu do naczynka wagowego, sam sączek natomiast umieścić w tyglu platynowym i spopielić dokładnie w piecu muflowym w temperaturze nie przekraczającej 750°C. Zawartość naczynka wagowego przenieść do tygla platynowego ze spopielonym sączkiem, dodać 10-krotną ilość (wagowo) węglanu sodowo-potasowego, wymywając nim naczynko wagowe 2,5-krotną ilość dwutlenku krzemu. Zawartość tygla wymieszać, przenieść do zimnego pieca mufłowego i stopniowo, podwyższając temperaturę do 750°C stapiać przez około 45 min. Tygiel w czasie stapiania powinien być nakryty przykrywką platynową.

Nie należy dodawać większej, niż podano ilości węglanu sodowo-potasowego, gdyż energiczne wydzielanie się dwutlenku węgla w czasie stapiania może spowodować wypłynięcie stopu z tygla.

Gorący tygiel ze stopem wraz z przykrywką zanurzyć w niskiej zlewce pojemności 400 cm<sup>3</sup>, zawierającej około 100 cm<sup>3</sup> wody, tak aby stop odlecił się od tygla, po czym zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i ługować na gorąco. Jeżeli jest konieczne, tygiel wymyć przecikiem z gumową końcówką i opłukać gorącą wodą. Stop rozkruszyć spłaszczonym przecikiem i następnie roztwór zobojętnić ostrożnie roztworem kwasu solnego (1+1) i dodać jeszcze niewielki nadmiar kwasu do słabo kwaśnego odczynu. Całość pozostawić na kilkanaście minut na gorącej łaźni wodnej do skoagulowania krzemianów, a następnie odsączyć do zlewki pojemności 600 cm<sup>3</sup> przez średniosączący sączek i przemyć kilkakrotnie gorącą wodą. Zawartość zlewki połączyć z pierwszym przesączem po wstępnym wyługowaniu i podgrzać prawie do wrzenia. W zależności od spodziewanej zawartości fluoru w badanym topniku dodać odpowiednią ilość mianowanego roztworu octanu wapniowego celem wytrącenia fluorku wapnia.

Zawartość zlewki przenieść wraz z osadem do kolby pomiarowej pojemności 500 cm<sup>3</sup> i po ostudzeniu dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Po opadnięciu osadu należy

odsączyć część roztworu znad osadu przez suchy, twardy sączek do suchej zlewki pojemności 250 cm<sup>3</sup>, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Z zupełnie klarownego przesączu pobrać pipetą 50 cm<sup>3</sup> roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, dodać około 30 cm<sup>3</sup> wody, 10 cm<sup>3</sup> roztworu trójetanoloaminy (1+1), 20 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu wodorotlenku potasowego, około 0,1 g kalcesu i miareczkować nadmiar niezwiązanego wapnia 0,05M roztworem wersenianu dwusodowego do czysto-niebieskiego zabarwienia.

2.7.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość fluoru (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_3 \cdot K_1 - V_4 \cdot K_2 \cdot 10) \cdot 0,9481}{a} \cdot 100 \quad (13)$$

w którym:

$V_3$  - objętość roztworu octanu wapniowego dodana do strącenia fluoru, cm<sup>3</sup>,

$K_1$  - miano roztworu octanu wapniowego, wyrażone w gramach wapnia na 1 cm<sup>3</sup>, obliczone wg wzoru (11),

$V_4$  - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania próbki, cm<sup>3</sup>,

$K_2$  - miano roztworu wersenianu dwusodowego, wyrażone w gramach wapnia na 1 cm<sup>3</sup>, obliczone wg wzoru (12),

0,9481 - ilość fluoru odpowiadająca 1 g wapnia, g,

a - odważka badanej próbki, g.

2.7.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości fluoru:

do 12% - 0,50%,

powyżej 12% - 0,85%.

## 2.8. Oznaczanie zawartości chloru

2.8.1. Zasada metody. Wyługowanie próbki w gorącej wodzie, odsączenie nierozpuszczalnej pozostałości i oznaczanie chlorków w przesączu przez miareczkowanie mianowanym roztworem azotanu srebrowego.

### 2.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy, roztwór 0,1N: sporządzić z fiksanalu lub odważyć 16,98 g azotanu srebrowego, rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Miano roztworu azotanu srebrowego nastawić w sposób następujący: odważyć 5,8454 g chlorku sodowego (wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 105°C), rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 25 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu chlorku sodowego, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą nie zawierającą chlorków

do objętości 80 + 100 cm<sup>3</sup>, dodać 3 + 4 krople chromianu potasowego i miareczkować 0,1N roztworem azotanu srebrowego do pojawienia się pierwszej nie znikającej zmiany barwy z żółtej na jasno-ceglastą.

W celu wprowadzenia poprawki na wskaźnik i ewentualną zawartość chlorków w wodzie należy wykonać ślepią próbę. W tym celu do 50 cm<sup>3</sup> wodnej zawiesiny węglanu wapniowego dodać 3 + 4 krople wskaźnika i miareczkować 0,1N roztworem azotanu srebrowego, tak długo aż zabarwienie węglanu wapniowego nie zrówna się z barwą miareczkowanego roztworu chlorku sodowego. Poprawkę na wskaźnik i chlorki, która nie powinna przekraczać 0,3 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebrowego, należy odjąć od objętości roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania chlorku sodowego. Miano 0,1N roztworu azotanu srebrowego ( $K_3$ ) wyrażone w gramach chlorku na 1 cm<sup>3</sup> roztworu obliczyć wg wzoru

$$K_3 = \frac{V \cdot 0,0035457}{V_1 - V_2} \quad (14)$$

w którym:

V - objętość 0,1N roztworu chlorku sodowego pobrana do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,0035457 - ilość chloru zawarta w 1 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu chlorku sodowego, g,

$V_1$  - objętość 0,1N roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  - poprawka na wskaźnik i ewentualne chlorki, wyrażona w cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebrowego, cm<sup>3</sup>.

b) Chromian potasowy, wskaźnik, roztwór wodny nasycony.

c) Węglan wapniowy.

2.8.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1,000 g próbki, przenieść do wysokiej zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup> i ługować gorącą wodą nie zawierającą chlorków w ilości około 100 cm<sup>3</sup> w ciągu 10 + 15 min pod szkiełkiem zegarkowym, utrzymując przez ten czas temperaturę roztworu 80 + 90°C. Następnie nierozpuszczoną pozostałość odsączyć przez średniosączący sączek i przemyć osad dokładnie na sączku gorącą wodą do zaniku reakcji na chlorki. Przesącz przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup> i po ostudzeniu dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 25 cm<sup>3</sup> roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć wodą do objętości około 100 cm<sup>3</sup>, dodać 3 + 4 krople wskaźnika i miareczkować 0,1N roztworem azotanu srebrowego do pierwszej nie znikającej zmiany barwy zawiesiny z żółtej na jasno-ceglastą. Jednocześnie wykonać ślepią próbę zgodnie z 2.8.2.a).

2.8.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość chloru (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_3 - V_4) \cdot K_3 \cdot 10}{a} \cdot 100 \quad (15)$$



w którym:

$V_3$  objętość 0,1N roztworu azotanu srebrowego użytego do zmiareczkowania 25 cm<sup>3</sup> roztworu próbki, cm<sup>3</sup>,

$V_4$  objętość 0,1N roztworu azotanu srebrowego użytego do zmiareczkowania ślepej próby, cm<sup>3</sup>,

$K_3$  - miano 0,1N roztworu azotanu srebrowego, wyra-

żona w gramach chloru na 1 cm<sup>3</sup> roztworu, obliczone wg wzoru (14),

$a$  - odważka badanej próbki, g.

2.8.5. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń przy zawartości chloru:

do 10% - 0,30%,

powyżej 10% - 0,50%.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

##### 1. Istotne zmiany w stosunku do BN-68/4028-08

a) ujednociono metody oznaczania składników chemicznych,

b) wprowadzono oznaczanie zawartości fluoru,

c) wprowadzono oznaczanie zawartości chloru.

##### 2. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

BN-76/4022-08 Pomocnicze materiały odlewnicze. Środki ochronne do brązów. Brązotopy

BN-76/4022-09 Pomocnicze materiały odlewnicze. Środki ochronne do mosiądzów. Mosiądzotopy

##### 3. Autorzy projektu normy - inż. Maria Bławut, dr inż.

Władysława Kapera, mgr inż. Anna Litewka, doc. dr Janina Siekierska - Instytut Odlewnictwa, Kraków.