

ODLEWNICTWO	N O R M A B R A Ń Ż O W A	BN-88
	Rafinatory, modyfikatory i topniki do stopów aluminium	4028-04
	Analiza chemiczna	Zamiast BN-76/4028-04
		Grupa katalogowa 0389

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest analiza chemiczna rafinatorów, modyfikatorów i topników zgodnych z BN-88/4022-04, stosowanych przy topieniu stopów aluminium.

1.2. Zakres stosowania metod — wg tabl. 1.

chemicznej o masie uzależnionej od ilości oznaczeń (w przypadku materiału w postaci pastylek, powinny być one wcześniej rozkruszone).

Pobraną próbkę przesiał przez sito o wymiarze oczka kwadratowego 0,63 mm, przesuwając po sicie pędzlem.

Pozostałość na sicie przenieść do moździerza i dokładnie rozetrzeć, a następnie dołączyć do materiału przesianego i wymieszać.

Tablica 1

Oznaczenie	Metoda oznaczania	Zakres stosowania	Opis metody wg
sześciochloroetanu (C ₂ Cl ₆)	wagowa A	RAFAL 1 i 4, RAFGLIN 2 i 3	2.2.1
	wagowa B		2.2.2
chloru	miareczkowa	ALSIM 0, TOPAL 3, POKAL 4	2.3.1
	potencjometryczna		2.3.2
fluoru	potencjometryczna, z zastosowaniem elektrody jonoselektywnej fluorkowej	MODAL 1, ALSIM 0, TOPAL 3, POKAL 2, 3, 4 i 6, LITAL	2.4
boru	miareczkowa	MODAL 4	2.5
tytanu	wagowa	MODAL 4 i 5	2.6.1
	fotometryczna		2.6.2
fosforu	wagowa	MODAL 2 i 5	2.7.1
	miareczkowa		2.7.2
sodu	wagowa	RAFGLIN 3, MODAL 1	2.8
glinu	wagowa	TOPAL 3	2.9
chlorku potasu	wagowa	POKAL 2, 3 i 6, LITAL	2.10

2. METODY BADAŃ

2.1. Wytyczne ogólne

2.1.1. Czystość odczynników. Odczynniki powinny mieć stopień czystości cz.d.a.

Do przygotowania roztworów i wykonania oznaczeń należy używać wody destylowanej.

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

2.1.3. Przygotowanie próbki do badań. Ze średniej próbki laboratoryjnej rafinatora, modyfikatora lub topnika wg BN-88/4022-04 pobrać próbkę do analizy

Uzyskaną próbkę przeznaczyć do analizy chemicznej i przechowywać w słoiku ze szlifowanym korkiem.

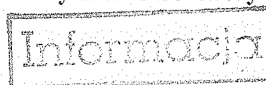
2.1.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń o rozbieżności nie przekraczającej dopuszczalnych różnic między wynikami dla danej metody.

2.2. Oznaczanie zawartości sześciochloroetanu

2.2.1. Metoda wagowa A

2.2.1.1. Zasada metody — oddzielenie sześciochloroetanu przez rozpuszczenie próbki w benzenie.

2.2.1.2. Odczynniki i roztwory. Benzen



Zgłoszona przez Instytut Odlewnictwa w Krakowie
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Odlewnictwa dnia 6 czerwca 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1988, poz. 25)

2.2.1.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 5 g z dokładnością do 0,001 g, umieścić w kolbie stożkowej ze szlifem pojemności 250 ml. Do kolby dodać 100 ml benzenu i ogrzewać do wrzenia pod chłodnicą zwrotną 30 min do całkowitego rozpuszczenia sześciochloroetanu w benzenie. Pozostałość odsączyć przez tygiel Goocha nr 63, zważony uprzednio z dokładnością do 0,001 g. Osad w tyglu przemyć kilkakrotnie benzenem i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

2.2.1.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sześciochloroetanu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - (m_1 - m_2)}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

- m — odważka badanej próbki, g,
- m_1 — masa tygla z pozostałością, g,
- m_2 — masa tygla Goocha, g.

2.2.1.5. Dopuszczalna różnica między najwyższym a najniższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 2%.

2.2.2. Metoda wagowa B

2.2.2.1. Zasada metody — usunięcie sześciochloroetanu przez ogrzewanie próbki.

2.2.2.2. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 50 g z dokładnością do 0,01 g w płaskim naczyniu wagowym, umieścić w suszarce pod odciążeniem gazów i utrzymywać w temperaturze 100 ÷ 120°C aż do osiągnięcia stałej masy.

2.2.2.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość sześciochloroetanu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- m — odważka badanej próbki, g,
- m_1 — masa próbki po usunięciu sześciochloroetanu, g.

2.2.2.4. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem oznaczeń nie powinna przekraczać 2%.

2.3. Oznaczanie zawartości chloru

2.3.1. Metoda miareczkowa

2.3.1.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w wodzie, oddzielenie nierozpuszczalnej pozostałości, oznaczenie chloru w przesączu przez miareczkowanie roztworem azotanu srebra w obecności chromianu potasowego.

2.3.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4), roztwór o $c(\text{HNO}_3) =$ około 0,2 mol/l.

b) Chromian potasowy, wskaźnik, roztwór 1%(m/V).

c) Azotan srebra, roztwór mianowany o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l. Odważyć 16,989 g azotanu srebra wysuszonego w ciągu 2 h w temperaturze 150°C, rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie

roztworu sprawdzić w sposób następujący: odważyć 5,8458 g chlorku sodowego, wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 105°C, rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 25 ml tak przygotowanego roztworu chlorku sodowego, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, rozcieńczyć wodą (nie zawierającą chlorków) do objętości 80 ÷ 100 ml, dodać 3-4 krople wskaźnika i miareczkować roztworem azotanu srebra do przejścia barwy żółtej w jasnoceglastą.

Współczynnik molarności (f) roztworu azotanu srebra obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{v}{v_1} \quad (3)$$

w którym:

- v — objętość roztworu chlorku sodowego o $c(\text{NaCl}) = 0,1$ mol/l, pobranego do miareczkowania, ml.
- v_1 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l, zużytego do miareczkowania, ml.

2.3.1.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 10 g z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dodać 300 ÷ 400 ml wody ogrzanej do temperatury 50 ÷ 60°C, wymieszać, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Roztwór sączyć przez suchy sącdek do zlewki pojemności 400 ml, pierwszą porcję przesącza około 50 ml należy odrzucić.

Następnie przesączyć około 100 ml roztworu i z przesącza odpipetować 25 ml do zlewki pojemności 300 ml. Dodać około 50 ÷ 70 ml wody, 2 ml roztworu chromianu potasowego i miareczkować mianowanym roztworem azotanu srebra do zmiany barwy z żółtej na brunatnożółtą.

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

$$X = \frac{0,003546 \cdot V_2 \cdot f}{m} \cdot 100 \quad (4)$$

w którym:

V_2 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l, zużytego do miareczkowania, ml,

f — współczynnik molarności roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l, obliczony wg wzoru (3),

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej do miareczkowania części roztworu badanego, g,

0,003546 — masa chloru odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ mol/l, g.

2.3.1.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,7%.

2.3.2. Metoda potencjometryczna

2.3.2.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbek w wodzie, oddzielenie nierozpuszczalnej pozostałości, oznaczanie chloru w przesączu przez potencjometryczne miareczkowanie roztworem azotanu srebra.

2.3.2.2. Aparatura i przyrządy

- Potencjometr.
- Statyw z mieszkadłem i biuretą.
- Elektroda jonoselektywna srebrowa.
- Elektroda odniesienia chlorosrebrowa z podwójnym płaszczem.

2.3.2.3. Przygotowanie elektrody do pomiaru

a) Przygotowanie elektrody srebrowej. Przed pomiarem elektrodę opłukać w wodzie i delikatnie osuszyć bibułą. Nie należy dotykać czujnika palcami. Elektrodę przechowywać w stanie suchym w temperaturze pokojowej, z dala od źródeł światła i ciepła.

b) Przygotowanie elektrody odniesienia chlorosrebrowej. Na kilka godzin przed pomiarem należy:

— napelnić wewnętrzny płaszcz elektrody wodnym roztworem chlorku potasowego o $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/l}$ (7,46 g KCl na 100 ml wody) wprowadzając go przez otwór w korpusie za pomocą pipety. Pęcherzyki powietrza usunąć przez delikatne opłukiwanie elektrody;

— zdjąć zewnętrzny płaszcz elektrody, napelnić go wodnym roztworem azotanu potasowego o $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ (10,11 g KNO_3 na 100 ml wody) i nałożyć go na elektrodę.

W przerwach między pomiarami do 24 h elektrody należy przechowywać zanurzając ich końcówki w roztworze azotanu potasowego o $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$.

Przy dłuższych przerwach w wykonywaniu pomiarów, należy wylać roztwór z elektrody i przechowywać ją w stanie suchym z dala od źródeł światła i ciepła.

2.3.2.4. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy (1,4), roztwór o $c(\text{KNO}_3) = \text{około } 0,2 \text{ mol/l}$: 2 ml kwasu azotowego (1,4) dodać do 100 ml wody.

b) Azotan srebra, roztwór mianowany o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$: odważyć 16,989 g azotanu srebra wysuszonego w ciągu 2 h w temperaturze 150°C , rozpuścić w wodzie, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie roztworu sprawdzić 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 1 l, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Odmierzyć biuretą 25 ml roztworu chlorku sodowego, przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać około $50 \div 70 \text{ ml}$ wody i zakwasić roztworem kwasu azotowego. Następnie zanurzyć mieszkadło i obie elektrody w roztworze i połączyć je z potencjometrem. Roztwór chlorku sodowego miareczkować roztworem azotanu srebra przy ciągłym mieszaniu.

W czasie miareczkowania notować ilości dodawanego roztworu azotanu srebra w ml oraz odczytywaną każdorazowo wartość *SEM* ogniwa w miliwoltach. W punkcie zmiareczkowania obserwuje się największą

zmianę *SEM*, przy najmniejszym dodatku roztworu azotanu srebra.

Współczynnik molarności (f) roztworu azotanu srebra obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{v}{v_1} \quad (5)$$

w którym:

v — objętość roztworu chlorku sodowego o $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, pobranego do miareczkowania, ml,

v_1 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml.

c) Woda destylowana nie zawierająca chlorków. Należy sprawdzić, czy nie pozostaje zmętnienie wody po dodaniu roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$. W przypadku wystąpienia zmętnienia, woda nie nadaje się do analizy.

2.3.2.5. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 1 g z dokładnością do 0,001 g, przenieść do zlewki pojemności 250 ml dodać 100 ml wody, ogrzać do temperatury około 60°C i utrzymując roztwór w tej temperaturze, często mieszając go pręcikiem w ciągu 20 min. Następnie zawartość zlewki po ochłodzeniu przesączyć, zbierając przesącz w kolbie pomiarowej pojemności 500 ml. Osad na sączku przemyć wodą i odrzucić, a zawartość kolby uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. Odmierzyć 50 ml roztworu do zlewki pojemności 250 ml i zakwasić roztworem kwasu azotowego.

Dalej postępować, jak przy wyznaczaniu współczynnika molarności roztworu azotanu srebra (2.3.2.4b), miareczkując roztwór badany roztworem azotanu srebra.

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

$$X = \frac{0,003546 \cdot v_2 \cdot f}{m} \cdot 100 \quad (6)$$

w którym:

v_2 — objętość roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml.

f — współczynnik molarności roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, obliczony wg wzoru (5),

m — odważka próbki, odpowiadająca pobranej do miareczkowania części roztworu badanego, g,

0,003546 — masa chloru odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebra o $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, g.

2.3.2.7. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,7%.

2.4. Oznaczanie zawartości fluoru (ze związków łatwo rozpuszczalnych)

2.4.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w roztworze wodorotlenku sodowego, zbuforowanie roztworem sulfosalicylanu amonowego, potencjometryczne oznaczanie fluoru przy zastosowaniu elektrody fluorkowej.

2.4.2. Aparatura i przyrządy

- Potencjometr ze skalą, pH.
- Mieszadło magnetyczne.
- Elektroda fluorkowa-jonoselektywna.
- Elektroda odniesienia kalomelowa.

2.4.3. Przygotowanie elektrody do pomiaru

a) Przygotowanie elektrody fluorkowej. Przed pierwszym użyciem elektrodę należy wymoczyć w roztworze fluorku sodowego o $c(\text{NaF}) = 0,1 \text{ mol/l}$ w ciągu $1 \div 2 \text{ h}$. Elementu czujnikowego nie należy dotykać palcami.

Przed pomiarem elektrodę opłukać w wodzie i delikatnie osuszyć bibułą. Przechowywać ją w stanie suchym w temperaturze pokojowej. Należy zwrócić uwagę, aby czujnik nie kontaktował się z częściami metalowymi.

b) Przygotowanie elektrody kalomelowej. Jeżeli elektroda nie była używana i jest wypełniona nie zamarzającym płynem, przed użyciem należy ten płyn wymienić na nasycony roztwór chlorku potasowego (34 g na 100 ml roztworu). Do roztworu wewnątrz elektrody dodać kilka kryształków chlorku potasowego. Poziom roztworu w elektrodzie powinien sięgać otworu wlewowego. Roztwór nie może zawierać pęcherzyków powietrza.

Po upływie 2 h od napełnienia elektrody można przystąpić do pomiaru.

Po każdym pomiarze elektrody należy przemyć i osuszyć bibułą.

Elektrodę należy przechowywać zanurzając jej koniec z filtrem ceramicznym w nasyconym roztworze chlorku potasowego. Przed następnym pomiarem elektrodę należy opłukać z wykrystalizowanego chlorku potasowego i osuszyć bibułą.

2.4.4. Odczynniki i roztwory

a) Fluorek sodowy (wysuszony w temperaturze 105°C).

b) Amoniak (0,90).

c) Sulfosalicylan amonowy, roztwór o $c(\text{HO}_3\text{SC}_6\text{H}_3/\text{OH}/\text{COONH}_4) = \text{około } 0,4 \text{ mol/l}$: 52 g kwasu sulfosalicylowego rozpuścić w 400 ml wody w zlewce pojemności 800 ml i za pomocą amoniaku w ilości $50 \div 60 \text{ ml}$ nastawić pH roztworu na wartość $9,4 \div 9,6$; następnie przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml i po ochłodzeniu uzupełnić wodą do kreski.

d) Wodorotlenek sodowy, roztwór 5%(m/V).

e) Roztwory wzorcowe fluoru.

Roztwór A. Odważyć 0,0221 g fluorku sodowego i rozpuścić w około 50 ml wody lekko ogrzewając. Dodać 80 ml roztworu wodorotlenku sodowego 5%(m/V) i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej

pojemności 250 ml. Po ostudzeniu dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

25 ml roztworu zawiera 0,001 g F^- .

Roztwory B, C D i E przygotować analogicznie, jak roztwór A.

Odpowiednie odważki fluorku sodowego dla roztworów wzorcowych podano w tabl. 2.

Roztwory wzorcowe należy przechowywać w naczyniach z tworzyw sztucznych (np. z polietylenu).

Tablica 2

Roztwór wzorcowy	Odważka NaF g	Stężenie jonów c_{F^-} g/25 ml	$\lg c_{\text{F}^-}$	$pF = -\lg c_{\text{F}^-}$
A	0,0221	1×10^{-3}	$\bar{3},0$	3,0
B	0,0442	2×10^{-3}	$\bar{3},3$	2,7
C	0,1105	5×10^{-3}	$\bar{3},7$	2,3
D	0,2210	1×10^{-2}	$\bar{2},0$	2,0
E	0,4420	2×10^{-2}	$\bar{2},3$	1,7

2.4.5. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 5 zlewek polietylenowych pojemności 150 ml odmierzyć po 25 ml roztworów A, B, C, D i E.

Dodać do każdej z nich po 25 ml wody i po 25 ml roztworu sulfosalicylanu amonowego o wartości pH w zakresie $9,4 \div 9,6$. Przeprowadzić zerowanie i kalibrację potencjometru. Podłączyć elektrody do potencjometru, elektrodę fluorkową do gniazda dla elektrody szklanej, elektrodę kalomelową do gniazda dla elektrody kalomelowej. Zanurzyć elektrody do roztworu A, przełączyć potencjometr na odpowiedni zakres pomiaru mV i włączyć mieszadło magnetyczne. Po upływie 3 min odczytać wartość w mV. Następnie nie płuczając elektrod przełożyć je do roztworu B i wykonać podobnie, jak przy roztworze A, pomiar SEM. Kolejno wykonać pomiar SEM dla roztworów C, D i E o wzrastającym stężeniu jonów F^- . Po zakończonych pomiarach opłukać elektrodę wodą i osuszyć bibułą. Na podstawie uzyskanych wartości SEM w mV dla danych stężeń roztworów wzorcowych wykreślić krzywą wzorcową $SEM = f(pF)$ na papierze półlogarytmicznym.

Wartość pF obliczyć wg wzoru

$$pF = -\lg c_{\text{F}^-} \quad (7)$$

w którym c_{F^-} — zawartość F^- przypadająca na 25 ml roztworu, g.

Obliczone wartości pF nanieść na oś odciętych (logarytmiczną), a wartość SEM na oś rzędnych.

2.4.6. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 0,3 g z dokładnością do 0,0002 g, przenieść do zlewki pojemności 250 ml, dodać 80 ml roztworu wodorotlenku sodowego i gotować pod przykryciem około 10 min. Roztwór ostudzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Pobrać 25 ml tak przygotowanego roztworu próbki, przenieść do zlewki z polietylenu pojemności 150 ml, dodać 25 ml wody i 50 ml sulfosalicylanu amonowego. Do badanego roztworu zanurzyć elektrody, włączyć mieszadło ma-

gnetyczne i po upływie 3 min odczytać wartość *SEM*. Z krzywej wzorcowej odczytać wartość *pF* dla uzyskanej wartości *SEM*.

Ze wzoru (7) obliczyć c_F w g/25 ml.

2.4.7. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość fluoru ze związków łatwo rozpuszczalnych (*X*) w badanej próbce obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25} \quad (8)$$

w którym:

m — odważka próbki, g,

*m*₁ — ilość fluoru określona na podstawie krzywej wzorcowej (c_F), g.

2.4.8. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,5%.

2.5. Oznaczanie zawartości boru

2.5.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w wodzie, związanie fluorku chlorkiem wapniowym, oddzielenie wydzielonego osadu, oznaczenie kwasu borowego w przesączu przez miareczkowanie mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego w obecności mannitu.

2.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek wapniowy, roztwór 20%(*m/V*).

b) Czerwień metylowa, wskaźnik, roztwór 0,02%(*m/V*).

c) Fenoloftaleina, roztwór 0,1%(*m/V*) w 70%(*V/V*) etanolu.

d) Kwas solny, roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l. Przygotować z fiksanału lub 8,3 ml kwasu solnego (1,18), rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie roztworu kwasu solnego nastawić ściśle na roztwór węglanu sodowego. W tym celu odważyć 1,3250 g wysuszonego uprzednio w temperaturze 300°C bezwodnego węglanu sodowego, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić do kreski i wymieszać.

Odmierzyć 25 ml tak przygotowanego roztworu, przenieść do kolby stożkowej pojemności 100 ml i miareczkować roztworem kwasu solnego wobec fenoloftaleiny do zaniku różowego zabarwienia.

Współczynnik molarności (*f*) roztworu kwasu solnego obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{25}{V} \quad (9)$$

w którym:

V — objętość roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania, ml,

25 — objętość roztworu węglanu sodowego pobranego do miareczkowania, ml.

e) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ i 0,3 mol/l, mianowany: odważyć 4 g wodorotlenku sodowego (do sporządzenia roztworu 0,1 mol/l) i 12 g (do sporządzenia roztworu o stężeniu 0,3 mol/l), rozpuścić w wodzie, oziębicić, przenieść do kolby pomiaro-

wej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie roztworu wodorotlenku sodowego nastawić na roztwór kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l. W tym celu odmierzyć dokładnie 25 ml roztworu kwasu solnego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i miareczkować:

— roztworem wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l wobec fenoloftaleiny do różowego zabarwienia (przy mianowaniu roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 0,1 mol/l),

— roztworem wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,3$ mol/l wobec fenoloftaleiny do różowego zabarwienia (przy mianowaniu roztworu wodorotlenku sodowego o stężeniu 0,3 mol/l).

Współczynnik molarności (*f*₁) wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l obliczyć wg wzoru

$$f_1 = \frac{25 \cdot f}{V_1} \cdot 100 \quad (10)$$

w którym:

f — współczynnik molarności roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l, obliczony wg wzoru (9),

*V*₁ — objętość zużytego do miareczkowania roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l, ml,

25 — objętość kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l, pobranego do miareczkowania, ml.

f) Mannit, stały.

2.5.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 1 g z dokładnością do 0,001 g, przenieść do zlewki pojemności 400 ml, dodać 200 ml wody, ogrzać do wrzenia, ostudzić i odsączyć. Przesącz zebrać do kolby stożkowej ze szlifem pojemności 500 ml.

Dodać 25 ml roztworu chlorku wapniowego, 4 krople czerwieni metylowej i roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,3$ mol/l aż do żółtego zabarwienia. Zawartość kolby ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w ciągu 6 h dodając w miarę potrzeby wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,3$ mol/l do żółtego zabarwienia.

Następnie roztwór ostudzić, odsączyć od wydzielonego osadu i osad przemyć kilkakrotnie wodą. Do przesączu dodać roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1$ mol/l do czerwonego zabarwienia.

Na każde 100 ml roztworu dodać 5 g mannitu, 4 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l do żółtego zabarwienia.

2.5.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość boru (*X*) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,001082 \cdot V \cdot f_1}{m} \quad (11)$$

w którym:

V — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l użytego do miareczkowania próbki, ml.

f_1 — współczynnik molarności roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l, obliczony wg wzoru (10),
 m — odważka próbki, g,
 0,001082 — masa boru odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = \text{mol/l}$, g.

2.5.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,20%.

2.6. Oznaczanie zawartości tytanu

2.6.1. Metoda wagowa

2.6.1.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym, utlenienie kwasem azotowym; wydzielenie tytanu z roztworu za pomocą kupferronu i wyprażenie wydzielonego osadu.

2.6.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83).
 b) Kwas azotowy (1,4).
 c) Kwas solny (1,18), roztwór 1+10.
 d) Kupferron, roztwór 6%(m/V): 6 g kupferronu rozpuścić w 100 ml wody i przesączyć. Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

2.6.1.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,001 g, umieścić w parownicy platynowej, dodać 20 ml kwasu siarkowego i ogrzewać około 1 h do całkowitego rozpuszczenia próbki. Oziębic, spłukać ścianki parownicy wodą, dodać 3 ml kwasu azotowego i ponownie ogrzewać aż do pojawienia się gęstych par kwasu siarkowego. Oziębic, zawartość parownicy, rozcieńczyć wodą do objętości około 100 ml i przesączyć zbierając przesącz w zlewce pojemności 400 ml. Sączek przemyć kilkakrotnie gorącą wodą. Do oziębionego przesączu dodać 20 ml roztworu kupferronu ciągle mieszając. Po opadnięciu osadu dodać jeszcze kilka kropli roztworu kupferronu w celu sprawdzenia, czy ten został całkowicie wytracony. Jeżeli tworzy się biały osad oznacza to, że ilość dodanego odczynnika jest wystarczająca.

Osad odsączyć przez średnio sączący sączek, przemyć kilkakrotnie roztworem kwasu solnego, a następnie jeden raz wodą. Osad z sączkiem przenieść do wyprażonego do stałej masy tygła porcelanowego, wysuszyć, a następnie ostrożnie wyprażyć stopniowo podwyższając temperaturę do 1000°C. Ostudzić w eksykatorze i zważyć dwutlenek tytanu.

2.6.1.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tytanu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,5995 \cdot m_1}{m} \cdot 100 \quad (12)$$

w którym:

m — odważka badanej próbki, g,

m_1 — masa osadu dwutlenku tytanu, g,

0,5995 — ilość tytanu odpowiadająca 1 g dwutlenku tytanu, g.

2.6.1.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać:

— przy zawartości tytanu powyżej 1 do 2% — 0,10%,
 — przy zawartości tytanu powyżej 2 do 10% — 0,3%.

2.6.2. Metoda fotometryczna

2.6.2.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym, utlenienie kwasem azotowym, wytworzenie barwnego kompleksu soli tytanu z nadtlenkiem wodoru, pomiar intensywności zabarwienia roztworu.

2.6.2.2. Aparatura. Spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksimum przepuszczalności 470 nm.

2.6.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1 i 1+9.
 b) Kwas azotowy (1,4).
 c) Nadtlenek wodoru, roztwór 15%(m/V).
 d) Wzorcowe roztwory tytanu.

Roztwór A: odważyć 5,012 g fluorotytanianu potasowego (K_2TiF_6) do parownicy platynowej, dodać 100 ml roztworu kwasu siarkowego (1+1) i odparować do gęstych par kwasu siarkowego. Oziębic, spłukać ścianki parownicy wodą i ponownie odparować do par kwasu siarkowego.

Oziębioną zawartość parownicy rozcieńczyć wodą, przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

1 ml roztworu zawiera 0,001 g tytanu.

Roztwór B: odmierzyć 250 ml roztworu A, przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

1 ml roztworu zawiera 0,00025 g tytanu.

2.6.2.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 15 kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 10; 12; 14; 16; 18; 20 i 25 ml roztworu B, dodać do każdej kolby po 50 ml roztworu siarkowego (1+9), oziębic do temperatury pokojowej.

Dodać do każdej kolby 5 ml roztworu nadtlenku wodoru i dopełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego (1+9).

Zawartość kolby wymieszać i zmierzyć kolejno absorpcję roztworów na spektrofotometrze lub fotokolorymetrze stosując filtr o maksimum przepuszczalności 470 nm, kuwetę 1 cm i wodę jako roztwór porównawczy.

Na podstawie uzyskanych wartości absorpcji wykreślić krzywą wzorcową, odcinając na osi rzędnych odpowiednie wartości absorpcji, a na osi odciętych — odpowiadające im stężenie.

2.6.2.5. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,001 g, umieścić w parownicy platynowej, dodać 15 ml kwasu siarkowego i ogrzewać w ciągu 1 h aż do całkowitego rozpuszczenia próbki. Parownicę oziębic, spłukać ścianki wodą, dodać 3 ml kwasu azotowego i ponownie ogrzewać aż do pojawienia się gęstych par kwasu siarkowego. Próbkę oziębic do temperatury pokojowej, rozcieńczyć wodą i przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 ml.

Oziębic, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Odsączyć zawartość kolby przez suchy, fałdowany sączek do suchej zlewki. Odmierzyć pipetą 50 ml prze-

sączu i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Rozcieńczyć zawartość kolby wodą do objętości około 90 ml, dodać 5 ml roztworu nadtlenku wodoru, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorpcję roztworu stosując filtr świetlny S 47, kuwetę 1 cm i wodę jako roztwór porównawczy.

2.6.2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość tytanu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (13)$$

w którym:

m — odważka próbki odpowiadająca pobranej części roztworu, g,

m_1 — zawartość tytanu odczytana z krzywej wzorcowej, g.

2.6.2.7. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,05%.

2.7. Oznaczanie zawartości fosforu

2.7.1. Metoda wagowa

2.7.1.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym, wytrącenie fosforu w postaci fosforanu magnezowo-amonowego, wyprażenie do pirofosforanu magnezowego i zważenie.

2.7.1.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83).

b) Kwas solny (1,18).

c) Kwas cytrynowy, stały.

d) Amoniak (0,90), roztwór 1+10.

e) Mieszanina magnezowa: 55 g krystalicznego chlorku magnezowego oraz 105 g chlorku amonowego rozpuścić w 500 ml wody, dodać kilka ml amoniaku (0,90) i pozostawić na noc. W przypadku wytrącenia się osadu, osad odsączyć. Przesączyć zakwaśnić słabo kwasem solnym i uzupełnić wodą do objętości 1 l.

2.7.1.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,001 g, umieścić w parownicy porcelanowej, dodać 15 ml kwasu siarkowego i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia próbki. Oziębic parownicę, spłukać ścianki wodą, dodać 10 ml kwasu solnego i ponownie ogrzewać do pojawienia się gęstych par kwasu siarkowego. Parownicę oziębic, zawartość jej rozcieńczyć wodą, roztwór przesączyć zbierając przesącz w zlewce pojemności 400 ml. Sączek przemyć kilkakrotnie gorącą wodą.

Do przesączu dodać 3 g kwasu cytrynowego i 25 ml mieszaniny magnezowej. Roztwór zobojętnić amoniakiem, a następnie dodać nadmiar amoniaku w ilości około $\frac{1}{7}$ objętości roztworu. Roztwór mieszać pręciwką szklaną pocierając ścianki zlewki aż do zapoczątkowania wydzielenia osadu.

Pozostawić roztwór na co najmniej 4 h do opadnięcia osadu, a następnie odsączyć osad przez ścisły sączek. Przemyć kilkakrotnie roztworem amoniaku (1+10) i jeden raz wodą. Sączek z osadem przenieść do wyprażonego do stałej masy tygla porcelanowego, wysuszyć, spopielić i wyprażyć w temperaturze 900°C do stałej masy. Ostudzić w eksykatorze i zważyć.

2.7.1.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość fosforu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,2783 \cdot m_1}{m} \cdot 100 \quad (14)$$

w którym:

m — odważka badanej próbki, g,

m_1 — masa osadu pirofosforanu magnezowego, g,

0,2783 — ilość fosforu odpowiadająca 1 g pirofosforanu magnezowego, g.

2.7.1.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,30%.

2.7.2. Metoda miareczkowa

2.7.2.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym, wydzielenie fosforu w postaci fosforanu magnezowo-amonowego, rozpuszczenie osadu w kwasie solnym, oznaczenie równoważnej zawartości magnezu za pomocą kompleksometrycznego miareczkowania roztworu mianowanym roztworem EDTA wobec czerni eriochromowej T.

2.7.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,83).

b) Kwas solny (1,18), roztwór 1+1.

c) Kwas cytrynowy stały.

d) Amoniak (0,90), roztwór 1+10.

e) Mieszanina magnezowa — wg 2.7.1.2e).

f) Chlorowodorek hydroksyloaminy, stały.

g) Chlorowodorek trójetanoloaminy, stały. W przypadku braku chlorowodoru trójetanoloaminy, przygotować go z ciekłej trójetanoloaminy w sposób następujący: zmieszać 1 objętość kwasu solnego 25%(V/V) z 1 objętością trójetanoloaminy, oziębic, odsączyć na pompie wodnej przez lejek Büchnera, następnie przemyć alkoholem etylowym i wysuszyć.

h) Czerni eriochromowa T, wskaźnik: 1 g czerni eriochromowej T rozetrzeć dokładnie w moździerzu agatowym ze 100 g chlorku sodowego.

i) Cyjanek potasowy, stały.

j) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminoestero-octowego (EDTA), roztwór mianowany o $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,02 \text{ mol/l}$: odważyć 7,442 g EDTA, rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć wodą do objętości 1 l i wymieszać. Stężenie roztworu EDTA sprawdzić w sposób następujący: odważyć 17,052 g fosforanu dwuamonowego, rozpuścić w wodzie, uzupełnić do objętości 1 l i dokładnie wymieszać.

1 ml tego roztworu zawiera 0,004 g fosforu.

Odmierzyć za pomocą biurety 3 razy po 24 ml roztworu fosforanu dwuamonowego do zlewki pojemności 400 ml i dalej postępować zgodnie z 2.7.2.3.

Współczynnik molarności (f) roztworu EDTA wyrażony w gramach fosforu na 1 ml roztworu obliczyć wg wzoru

$$f = \frac{0,004 \cdot 25}{V} \quad (15)$$

w którym:

V — objętość roztworu EDTA zużytego do miareczkowania, ml.

0,004 — ilość fosforu odpowiadająca 1 ml fosforanu dwuamonowego, g.

25 — objętość roztworu fosforanu dwuamonowego pobrana do miareczkowania, ml.

k) Roztwór buforowy o $\text{pH} = 10$: odważyć 67,5 g chlorku amonowego, rozpuścić w małej ilości wody, dodać 500 ml amoniaku (0,90), rozcieńczyć wodą do objętości 1 l.

2.7.2.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,001 g, umieścić w zlewce pojemności 400 ml, dodać 15 ml kwasu siarkowego, przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia próbki. Oziębic, spłukać ścianki zlewki wodą, dodać 10 ml kwasu solnego i ponownie ogrzewać do pojawienia się par kwasu siarkowego. Próbkę oziębic, rozcieńczyć wodą do objętości 100 ml, dodać 3 g kwasu cytrynowego i 25 ml mieszaniny magnezowej. Roztwór zobojętnić amoniakiem (0,90), a następnie dodać nadmiar amoniaku w ilości $\frac{1}{7}$ objętości roztworu.

Roztwór mieszać pręcikiem szklanym pocierając ścianki zlewki aż do zapoczątkowania wydzielania osadu. Pozostawić roztwór na 4 h do opadnięcia osadu, a następnie odsączyć osad przez ściśły sączek, przemyć kilkakrotnie sączek roztworem amoniaku (1+10) oraz wodą. Osad na sączku rozpuścić w 50 ml roztworu kwasu solnego (1+1) zbierając przesącz w zlewce, w której przeprowadzone było wytrącanie. Przemyć sączek kilkakrotnie wodą. Roztwór przelać do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. Pobrać pipetą 50 ml roztworu do kolby stożkowej pojemności 500 ml. Dodać 5 ml kwasu siarkowego i odparować do gęstych par kwasu siarkowego. Oziębic, dodać 10 ml wody, 100 ml roztworu buforowego, 0,1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 0,1 g chlorowodoru trójetanoloaminy, 0,1 g cyjanku potasowego. Oziębic, dodać około 0,05 g czerni eriochromowej T do wyraźnego winnoczerwonego zabarwienia i miareczkować roztworem EDTA do zmiany zabarwienia roztworu na niebieski.

2.7.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość fosforu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V_1 \cdot f}{m} \cdot 100 \quad (16)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu EDTA zużytego do miareczkowania próbki, ml,

f — współczynnik molarności roztworu EDTA wyrażony w gramach fosforu na 1 ml, obliczony wg wzoru (15).

m — odważka próbki odpowiadająca części pobranego roztworu, g.

2.7.2.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,30%.

2.8. Oznaczanie zawartości sodu

2.8.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie solnym i kwasie siarkowym, usunięcie glinu i chromu w postaci wodorotlenków, odparowanie przesączu z kwasem siarkowym i zważenie siarczanu sodowego.

2.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18).

b) Kwas siarkowy (1,83), roztwór 1+1.

c) Kwas fluorowodorowy (1,13).

d) Kwas borowy, stały.

e) Amoniak (0,90).

f) Czerwień metylowa, wskaźnik: 0,1 g czerwieni metylowej rozpuścić w 100 ml etanolu 60%.

2.8.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 0,5 g z dokładnością do 0,001 g, umieścić w parownicy platynowej, zwilżyć wodą, dodać 0,5 g kwasu borowego, 5 ml kwasu solnego, 2 ml roztworu kwasu siarkowego i odparować na płycie grzewczej do sucha. Pozostałość spłukać wodą do zlewki pojemności 250 ml, dodać kilka ml kwasu solnego i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia soli. Dodać 2 krople czerwieni metylowej i 1 kroplę amoniaku do zmiany zabarwienia roztworu z czerwonego na żółte. Odstawić w ciepłe miejsce do skoagulowania osadu. Roztwór z osadem przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, oziębic, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Odsączyć część roztworu przez suchy pofałdowany sączek do suchej zlewki. Pobrać pipetą 50 ml przesączu i przenieść do uprzednio wyprażonej i zważonej parownicy platynowej. Do roztworu dodać 2 ml kwasu fluorowodorowego i 2 ml roztworu kwasu siarkowego. Odparować na płycie grzewczej do usunięcia par kwasu siarkowego, a następnie ostrożnie nad palnikiem — do całkowitego usunięcia soli amonowych. Parownicę wraz z suchą pozostałością wyprażyć w piecu muflowym w temperaturze nie przekraczającej 750°C do stałej masy. Oziębic w eksykatorze i zważyć.

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

$$X = \frac{0,3238 \cdot m_1}{m} \cdot 100 \quad (17)$$

w którym:

m — odważka próbki odpowiadająca części pobranego roztworu, g,

m_1 — masa osadu siarczanu sodowego, g,

0,3238 — ilość sodu odpowiadająca 1 g siarczanu sodowego, g.

2.8.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,30%.

2.9. Oznaczanie zawartości glinu

2.9.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie siarkowym z dodatkiem dwutlenku krzemu w celu usunięcia fluoru, wydzielenie wodorotlenku gli-

nowego za pomocą amoniaku i wagowe oznaczanie w postaci tlenku.

2.9.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy (1,83).
- Amoniak (0,90), roztwór 10%(V/V).
- Siarczan amonowy, roztwór 3%(m/V).
- Dwutlenek krzemu, stały.
- Czerwień metylowa, wskaźnik: 0,1 g czerwieni metylowej rozpuścić w 100 ml etanolu 60%.

2.9.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 1 g z dokładnością do 0,001 g, przenieść do parownicy platynowej, dodać 5 ml kwasu siarkowego, a po chwili — około 2 g dwutlenku krzemu i wody do $\frac{2}{3}$ objętości parownicy. Odparować do pojawienia się par kwasu siarkowego, ostudzić, dodać ostrożnie kilka ml wody i ponownie odparować do par. Czynność tę powtórzyć jeszcze dwukrotnie, po czym odparować do całkowitego usunięcia kwasu siarkowego. Pozostałość ostudzić, wylugować wodą zakwaszaną kwasem siarkowym.

Odsączyć od osadu. Sączek z osadem przemyć wodą i odrzucić, a przesącz rozcieńczyć wodą do objętości około 200 ml, dodać 3 krople roztworu czerwieni metylowej, ogrzać do wrzenia, odstawić, a po chwili dodawać kroplami roztwór amoniaku, aż do zmiany barwy na żółtą.

Roztwór ogrzewać nadal na łaźni wodnej do opadnięcia osadu (nie gotować). Osad odsączyć i przemyć gorącym roztworem siarczanu amonowego. Sączek wraz z osadem przenieść do ważonego tygla platynowego, wysuszyć, spopielić, wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałej masy i zważyć.

2.9.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość glinu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,5291 \cdot m_1}{m} \cdot 100 \quad (18)$$

w którym:

- m — odważka badanej próbki, g,
- m_1 — masa tlenku glinowego, g,
- 0,5291 — ilość glinu odpowiadająca 1 g tlenku glinowego, g.

2.9.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,03%.

2.10. Oznaczanie zawartości chlorku potasu

2.10.1. Zasada metody — rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, odparowanie z kwasem nadchlorowym a następnie z kwasem nadchlorowym i alkoholem etylowym w celu wydzielenia nadchloranu potasu.

2.10.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny (1,18), roztwór 1+1.
- Kwas nadchlorowy (HClO_4) (1,125).
- Alkohol etylowy 96%(V/V).
- Chlorek barowy ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), roztwór 15%(m/V).
- Alkohol etylowy z kwasem nadchlorowym 900+10.

2.10.3. Wykonanie oznaczania. Z przygotowanej wg 2.1.3 próbki odważyć 10 g z dokładnością do 0,0001 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 300 ml wody z dodatkiem 3 ml kwasu solnego. Uzyskany roztwór ogrzewać do wrzenia, a następnie dodać 10 ml roztworu chlorku barowego w celu wytrącenia siarczanów. Kolbę odstawić i po opadnięciu osadu dodać 3-4 krople roztworu kwasu siarkowego w celu sprawdzenia, czy w roztworze znajduje się nadmiar chlorku barowego (który powoduje zmętnienie), a przy jego braku, dodać jeszcze 1 ml chlorku barowego. Kolbę z roztworem odstawić na 12 h, następnie przelać roztwór do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i przesączyć przez suchy, twardy sączek. Pobrać pipetą 25 ml przesącza, przelać do parowniczkę porcelanowej, dodać 10 ml kwasu nadchlorowego i postawić na łaźni wodnej w celu odparowania. Po upływie około 1 h i utworzeniu się gęstej konsystencji dodać 5 ml kwasu nadchlorowego, dokładnie wymieszać i odparować do gęstych par kwasu siarkowego. Dodać 15 ml alkoholu etylowego z kwasem nadchlorowym, wymieszać i przesączyć przez tygiel z dnem porowatym G4. Osad na tyglu i parowniczkę należy przemyć alkoholem etylowym w ten sposób, aby tygiel dwukrotnie był napełniony do połowy objętości. Objętość całego przesącza nie powinna być większa niż 70 ml. Tygiel z osadem należy wysuszyć w temperaturze $120 \div 140^\circ\text{C}$ w ciągu 30 min.

2.10.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość chlorku potasowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1 \cdot 0,5381 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot m} = \frac{m_1 \cdot 1076,2}{m} \quad (19)$$

w którym:

- m — odważka próbki, g,
- m_1 — masa wyprażonego osadu, g,
- 0,5381 — współczynnik przeliczeniowy KClO_4 na KCl .

2.10.5. Dopuszczalna różnica między najniższym a najwyższym wynikiem równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,2%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Odlewnictwa, Kraków.
2. Istotne zmiany w stosunku do BN-76/4028-04
 - a) określono warunki przygotowania próbek do analizy chemicznej.
 - b) wyeliminowano metodę miareczkową oznaczania fluoru, a wprowadzono nową metodę potencjometryczną z elektrodą fluorową.
 - c) wyeliminowano metody oznaczania fluoroboranu potasowego, fluorokrzemianu sodowego oraz fluorku sodowego.
 - d) wprowadzono metodę oznaczania chlorku potasu.

3. Normy związane

BN-88/4022-04 Rafinatory, modyfikatory i topniki do stopów aluminium. Wymagania i badania

4. Autorzy projektu normy — doc. dr Zofia Dolińska, dr inż. Władysław Kapera, doc. dr Janina Siekierska — Instytut Odlewnictwa, Kraków.

5. Przykłady obliczania stężenia jonów fluoru (c_{F^-}) do p. 2.4.6. Jeżeli pF odczytane z wykresu wynosi: 2,85, to:

$$-\lg c_{F^-} = 2,85$$

$$\lg c_{F^-} = -2,85 = \bar{3},15$$

$$c_{F^-} = 0,0014 \text{ g/25 ml roztworu}$$