

ODLEWNICTWO MATERIAŁY FORMIERSKIE I POMOOCNICZE	N O R M A B R A Ń Z O W A	BN-66
	ODLEWNICZE MATERIAŁY FORMIERSKIE BADANIA LABORATORYJNE OZNACZANIE SKŁADNIKÓW MINERALOGICZNYCH	4024-13
		Zamiast RN-55/MPM-22058 59 Grupa kat. III-89

1. W S T Ę P

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie składników mineralogicznych piasków i glin formierskich obejmujące oznaczanie zawartości substancji ilastych, skalenia, kwarcu oraz tlenku żelaza.

1.2. Przeznaczenie. Oznaczanie składników mineralogicznych stosuje się dla scharakteryzowania piasków i glin formierskich.

1.3. Normy związane.
PN-58/H-11079 Odlewnicze materiały formierskie. Badania laboratoryjne. Pobieranie próbek piasków i glin formierskich.

2. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SUBSTANCJI ILASTYCH

2.1. Oznaczanie zawartości tlenku glinu metodą wagową.

2.1.1. Zasada oznaczania. Prażenie próbki uprzednio wysuszonej i potraktowanej kwasem solnym w temperaturze 700°C, traktowanie jej powtórnie kwasem solnym, odsączenie pozostałości nierozpuszczonej. Wytrącenie benzoesanem amonu benzoesanu glinu z roztworu po wydzieleniu kwasu krzemowego, po uprzednim zredukowaniu soli żelazowych do żelazawych. Wyprażenie benzoesanu do tlenku glinu i zważenie go.

2.1.2. Aparatura. Piec muflowy elektryczny z termoregulacją, pozwalający na osiągnięcie temperatury 700°C z dokładnością do 10°C.

2.1.3. Odczynniki i roztwory.

a/ Kwas solny /1,19/ cz.d.a., roztwory 1+1, 1+30, 1+3.

b/ Chlorek amonu, stały cz.d.a.

Zgłoszona przez Branżowy Centralny Ośrodek Normalizacji I.Od.
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Odlewnictwa dnia 31.12.1966
jako norma obowiązująca w zakresie badań odlewniczych materiałów
formierskich od dnia 1 lipca 1967 r./Zarządzenie Nr 33/

c/ Amoniak /0,90/ cz.d.a., roztwór 1+3.

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

e/ Hydrosiarczyn sodu, stały cz.d.a.

f/ Benzoesan amonu, roztwór 10-procentowy: 100 g benzoesanu amonu rozpuścić w 500 cm³ czystej wody, roztwór ostudzić i dopełnić wodą do objętości 1 dcm³. Jeżeli roztwór jest mętny, należy go przesączyć. W przypadku braku benzoesanu amonu sporządzić roztwór z kwasu benzoesowego: do 110 cm³ amoniaku /0,90/ wlać 750 cm³ wody, ogrzać do temperatury 60°C i rozpuścić w nim 88 g kwasu benzoesowego. Po ostudzeniu dopełnić wodą do objętości 1 dcm³.

g/ Benzoesan amonu, roztwór do przemywania: do 25 cm³ 10-procentowego roztworu benzoesanu amonu dodać 10 cm³ kwasu octowego, lodowatego i następnie uzupełnić wodą do objętości 1 dcm³.

2.1.4. Wyłonanie oznaczania. Odważyć w tyglu platynowym 2,00 g próbki, wysuszonej i potraktowanej kwasem solnym zgodnie z punktem 4.2.3. i ogrzewać w ciągu trzech godzin w temperaturze 700°C /±10°C/ w piecu elektrycznym. Próbkę po ostygnięciu przesypać do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, dodać 150 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/ i przykryć kolbę szkiełkiem zegarkowym. Kolbę postawić na łaźnię wodną o temperaturze wrzenia i przez trzy godziny trawić próbkę. Po upływie tego czasu odsączyć przez sączek ilościowy nierozpuszczoną pozostałość, zbierając przesącz do kolby miarowej pojemności 500 cm³. Osad na sączku przemyć 5 razy gorącą wodą i zachować do dalszych oznaczeń według punktu 3.1.4. Roztwór w kolbie miarowej uzupełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać i pobrać pipetą 250 cm³ tego roztworu do parowniczkę porcelanowej. Roztwór odparować do sucha na łaźni wodnej. Po odparowaniu parowniczkę z pozostałością ostudzić, zwilżyć suchą pozostałość stężonym kwasem solnym i rozetrzeć dokładnie szklanym prętem. Zawartość parowniczkę ponownie odparować do sucha na łaźni wodnej, a następnie prażyć przez 1 godzinę na płycie grzewczej w temperaturze 1350°C, przy czym temperatury tej nie można przekroczyć ze względu na lotność chlorku glinowego. Pozostałość rozetrzeć dokładnie prętem szklanym, zwilżyć 10 cm³ stężonego kwasu solnego, dodać 100 cm³ gorącej wody i ogrzewać do rozpuszczenia soli. Wydzielony kwas krzemowy przesączyć przez sączek ilościowy, średniosączący i przemyć 6 do 8 razy gorącym roztworem kwasu solnego /1+30/ oraz 3 razy gorącą wodą. Osad kwasu krzemowego odrzucić jako niepotrzebny do dalszych oznaczeń. Przesącz po oddzieleniu krzemionki przelać do kolby miarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i pobrać pipetą 250 cm³ roztworu do zlewki pojemności 600 cm³. Pozostałe w kolbie miarowej 250 cm³ roztworu służy do oznaczania zawartości tlenku żelaza według punk-

tu 5.1.4. Do roztworu w zlewce dodać 2 g chlorku amonu i następnie roztworu amoniaku /1+3/, przy ciągłym mieszaniu, do pojawienia się pierwszego nieznikającego zmętnienia. Zobjętnienie należy prowadzić bardzo starannie, unikając nadmiaru amoniaku. Do zobjętnionego roztworu dodać 1 cm³ kwasu octowego, lodowatego i niedużymi porcjami stałego hydrosiarczynu sodu, przy ciągłym mieszaniu, do całkowitego odbarwienia roztworu. Roztwór zagrzać do wrzenia, dodać 25 cm³ 10-procentowego roztworu benzoesu amonu przy ciągłym mieszaniu zawartości zlewki oraz nieco miazgi z bibuły ilościowej do sączenia. Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, odstawić na kąźnię wodną ogrzaną do temperatury 60 do 80°C, do opadnięcia osadu. Po skoagulowaniu osadu przesączyć go bezzwłocznie przez sączek ilościowy, średniosącący i przemyć sączek z osadem 5 do 6 razy gorącym roztworem benzoesu amonu do przemywania. Osad na sączku rozpuścić w gorącym roztworze kwasu solnego /1+3/, zbierając roztwór do zlewki, w której przeprowadzono wytrącanie benzoesu glinu. Sączek należy przemyć bardzo starannie gorącą wodą. Powtórzyć wytrącenie glinu benzoesanem amonu w sposób podany powyżej. Wydzielony benzoesan glinu przesączyć przez sączek ilościowy, średniosącący, przemyć 5 do 6 razy gorącym roztworem benzoesu amonu do przemywania. Sączek z osadem umieścić w tyglu, wysuszyć i spalać początkowo w niskiej temperaturze, aż do spalania sączka, następnie prażyć w temperaturze 800 do 900°C do stałego ciężaru i po ostudzeniu zważyć.

2.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku glinu /X₁/ w procentach obliczyć według wzoru:

$$X_1 = \frac{b \cdot 100}{a} \quad /1/$$

w którym: a - odważka próbki w gramach /0,5 g/,

b - ciężar osadu tlenku glinu w gramach.

2.1.6. Dokładność oznaczania.

Zawartość tlenku glinu	dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 10 %	0,10 %
powyżej 10 do 20 %	0,15 %
powyżej 20 %	0,20 %

2.1.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z punktem 2.1.6.

2.2. Oznaczanie tlenku glinu metodą miareczkowania kompleksometrycznego.

2.2.1. Zasada oznaczania. Analogiczna jak w punkcie 2.1.1. aż do mo-

mentu wydzielenia i odsączenia kwasu krzemowego. Zmiareczkowanie jonów glinu roztworem kompleksonu III wobec wskaźnika PAN. Metoda ta jest metodą pospieszną i pozwala na równoczesne oznaczanie zawartości tlenku żelaza.

2.2.2. Aparatura. Piec mufłowy elektryczny z termoregulacją pozwalającą na osiągnięcie temperatury 700°C z dokładnością do 10°C .

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

a/ Kwas solny /0,19/ cz.d.a., roztwory 1+1, 1+30.

b/ Kwas salicylowy, 2-procentowy roztwór alkoholowy.

c/ Papierek uniwersalny, wskaźnikowy.

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

e/ Kompleksonian miedzi: rozpuścić 2,4971 g CuSO_4 w 100 cm^3 wody oraz osobno 3,721 g kompleksonu III w 100 cm^3 wody, następnie dwa roztwory złączyć.

f/ Octan sodu, roztwór 20-procentowy.

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

h/ Komplekson III czyli wersanian dwusodowy, roztwór mianowany: 3,721 g kompleksonu III rozpuścić w 1000 cm^3 wody w kolbie miarowej. Miano roztworu nastawić na czysty glin. Nastawienie miana na roztwór czystego glinu: odważyć 0,200 g czystego glinu do zlewki pojemności 250 cm^3 i rozpuścić ostrożnie w 20 cm^3 kwasu solnego /1+1/, przykrywając zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Po rozpuszczeniu przelać zawartość zlewki do kolby miarowej pojemności 1000 cm^3 , oziębnić i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm^3 tego roztworu zawiera 0,0002 g glinu lub 0,000376 g Al_2O_3 . Odmierzyć biuretą 10, 20 lub 30 cm^3 roztworu wzorcowego do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 , rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm^3 , skontrolować pH roztworu przy pomocy papierka uniwersalnego i doprowadzić roztwór przy pomocy amoniaku i kwasu solnego do $\text{pH}=3$. Dodać 2 do 3 krople kompleksonianu miedzi, 2 do 3 krople wskaźnika PAN oraz roztworu octanu sodowego do wyraźnego różowego zabarwienia i miareczkować kompleksonem III jak podano w punkcie 2.2.4. Miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach Al_2O_3 na 1 cm^3 obliczyć według wzoru:

$$f = \frac{0,000376 \cdot c}{b}$$

w którym: b - objętość roztworu kompleksonu III zużytego do zmiareczkowania odmierzonej ilości roztworu wzorcowego w cm^3 ,

c - dodana objętość roztworu wzorcowego w cm^3 ,
 0,000376 - zawartość Al_2O_3 w gramach na cm^3 roztworu wzorcowego.

2.2.4. Wykonanie oznaczania. Do momentu wydzielenia i odsączenia kwasu krzemowego postępować zgodnie z punktem 2.1.4. Roztwór po odsączeniu kwasu krzemowego przelać do kolby stożkowej pojemności 500 cm^3 , rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm^3 , skontrolować pH roztworu przy pomocy papierka uniwersalnego i doprowadzić roztwór przy pomocy amoniaku i kwasu solnego do $\text{pH}=3$. Roztwór ogrzać do temperatury 40°C , dodać 5 cm^3 roztworu kwasu salicylowego i natychmiast miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany barwy roztworu z fioletowej na żółtą. Nie odnotowuje się ilości cm^3 roztworu kompleksonu III zużytego do miareczkowania żelaza. Następnie roztwór zagotować, dodać 2 do 3 krople kompleksonu miedzi, 2 do 3 krople wskaźnika octanu sodu do wrzenia i natychmiast miareczkować kompleksonem III bardzo powoli przy energicznym mieszaniu roztworu. W trakcie miareczkowania różowa barwa przez łososiową przechodzi w żółtą. W czasie miareczkowania, gdy roztwór ulegnie ochłodzeniu, należy podgrzać go do wrzenia i dodać octanu sodu. Za końcowy punkt miareczkowania przyjąć moment, w którym żółta barwa roztworu nie zmienia się mimo dodawania octanu sodu.

2.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku glinu $/X_1/$ w procentach obliczyć według wzoru:

$$X_1 = \frac{f \cdot b \cdot 100}{a} \quad /2/$$

w którym: a - odważka próbki w gramach $/1,0 \text{ g}/$,

b - objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania $/\text{tylko } \text{Al}_2\text{O}_3/$ w cm^3 ,

f - miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach Al_2O_3 na 1 cm^3 .

2.2.6. Dokładność oznaczania.

Zawartość tlenku glinu

dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami

do 10 %	0,10 %
powyżej 10 do 20 %	0,15 %
powyżej 20 %	0,20 %

2.2.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej trzech równoległych oznaczeń zgodnych z punktem 2.2.6.

2.3. Obliczanie zawartości substancji ilastych. Zawartość substancji ilastych $/A/$ w procentach obliczyć według wzoru:

$$A = X_1 \cdot 2,533 \quad /3/$$

w którym: X_1 - zawartość tlenku glinu, oznaczona według punktu 2.1. lub 2.2. /1/ i /2/ w procentach,

2,533 - współczynnik empiryczny: jeden gram tlenku glinu jest zawarty w 2,533 grama substancji ilastych.

3. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI SKALENIA

3.1. Oznaczanie tlenku glinu w pozostałości nierozpuszczonej.

3.1.1. Zasada oznaczania. Odpędzenie krzemionki z kwasem fluorowodorowym z pozostałości nierozpuszczonej, stopienia osadu z pirosiarczanem potasowym, rozpuszczenie w wodzie z dodatkiem kwasu solnego. Wytrącenie benzoesanem amonu benzoesanu glinu, po uprzednim zredukowaniu soli żelazowych do żelazawych. Wyprażenie benzoesanu glinu do tlenku glinu i zważenie go.

3.1.2. Aparatura. Piec mufłowy elektryczny z termoregulacją, pozwalający na osiągnięcie temperatury 700°C z dokładnością do 10°C .

3.1.3. Odczynniki i roztwory.

- a/ Kwas solny /1,19/ cz.d.a., roztwory 1+1 i 1+30.
- b/ Pirosiarczan potasowy cz.d.a.
- c/ Kwas siarkowy /1,83/ cz.d.a., roztwór 1+4.
- d/ Kwas fluorowodorowy cz.d.a., roztwór 40-procentowy.
- e/ Chlorek amonowy cz.d.a., stały.
- f/ Amoniak /0,90/ cz.d.a., roztwór 1+3.
- g/ Kwas octowy cz.d.a., lodowaty.
- h/ Hydrosiarczyn sodu cz.d.a., stały.
- i/ Benzoesan amonu, roztwór 10-procentowy - przygotować według punktu 2.1.3.f.
- j/ Benzoesan amonu, roztwór do przemywania - przygotować według punktu 2.1.3.g.

3.1.4. Wykonanie oznaczania. Pozostałość nierozpuszczoną w kwasie solnym, otrzymaną według punktu 2.1.4., spalić wraz z sączkiem w tyglu platynowym do całkowitego spopielenia sączka. Po ostygnięciu tygla, pozostałość zwilżyć kilku kroplami roztworu kwasu siarkowego /1+4/, dodać 2 cm^3 kwasu fluorowodorowego i odparować na płycie grzejnej aż do usunięcia dymów kwasu siarkowego. Do tygla wsypać następnie 5 g pirosiarczanu potasowego i stopić z osadem. Po stopieniu tygiel ostudzić, wyługować gorącą wodą, ewentualnie do rozpuszczenia osadu dodać niewielką ilość kwasu solnego. Roztwór przelać do zlewki pojemności 600 cm^3 , dodać wody do objętości około 250 cm^3 , dodać 2 g chlorku amonu i następnie roztworu amoniaku /1+3/, przy ciągłym mieszaniu, do poja-

wienia się pierwszego nieznikającego zmętnienia. Dalej postępować jak podano w punkcie 2.1.4. do wytrącenia benzoesanu glinu i przeprowadzenia go przez prażenie w tlenek glinu.

3.1.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenku glinu X_2 w procentach obliczyć według wzoru:

$$X_2 = \frac{b \cdot 100}{a} \quad /4/$$

w którym: a - odważka próbki w gramach /2,000 g/,

b - ciężar osadu tlenku glinu w gramach.

3.1.6. Dokładność oznaczania.

Zawartość tlenku glinu	Dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 1,0 %	0,05 %
powyżej 1,0 do 5 %	0,10 %
powyżej 5%	0,15 %

3.1.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych znaczeń zgodnych z punktem 3.1.6.

3.2. Obliczanie zawartości skalenia. Zawartość skalenia /B/ w procentach obliczyć według wzoru:

$$B = X_2 \cdot 5,462 \quad /5/$$

w którym: X_2 - zawartość tlenku glinu, oznaczona według punktu 3.1.5. /4/ w procentach,

5,462 - współczynnik empiryczny: jeden gram tlenku glinu jest zawarty w 5,462 grama skalenia.

4. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI KWARCŪ

4.1. Oznaczanie substancji wysuszonej.

4.1.1. Zasada oznaczania. Wysuszenie próbki w temperaturze 120°C do stałego ciężaru.

4.1.2. Aparatura. Suszarka elektryczna z regulacją temperatury w zakresie 50 do 250°C.

4.1.3. Wykonanie oznaczania. 5,000 g próbki utartej, przygotowanej z próbki laboratoryjnej pobranej zgodnie z PN-58/H-11079, wysuszyć w naczyniu wagowym w temperaturze 120°C do stałego ciężaru.

4.1.4. Obliczanie wyników. Zawartość suchej substancji X_3 w procentach obliczyć według wzoru:

$$X_3 = \frac{b \cdot 100}{a} \quad /6/$$

w którym: a - odważka próbki w gramach,

b - ciężar próbki po wysuszeniu w gramach.

4.1.5. Dokładność oznaczania. Dopuszczalna różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami wynosi 0,10 %.

4.1.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń zgodnych z punktem 4.1.5.

4.2. Oznaczanie substancji łatwo rozpuszczalnych w kwasach.

4.2.1. Zasada oznaczania. Traktowanie wysuszonej próbki kwasem solnym celem określenia substancji łatwo rozpuszczalnych.

4.2.2. Odczynniki i roztwory. Kwas solny /1,19/ cz.d.a., roztwór 1+1.

4.2.3. Wykonanie oznaczania. Wysuszyć próbkę w sposób podany w punkcie 4.1.3. odważyć z niej 5,0000 g i przesypać do zlewki pojemności 250 cm³, dodać 50 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/, wymieszać próbkę starannie z kwasem solnym przecikiem szklanym. Po pięciu minutach dodać wody do objętości około 150 cm³ i przemyć kilka razy próbkę wodą za pomocą dekantacji, odsączając próbkę przez sączek ilościowy, wysuszonej w temperaturze 120°C i zważony. Sączek z próbka ponownie wysuszyć w temperaturze 120°C do stałego ciężaru.

4.2.4. Obliczanie wyników. Zawartość substancji łatwo rozpuszczalnych w kwasach /X₄/ w procentach obliczyć według wzoru:

$$X_4 = \frac{a-b}{a} \cdot 100 \quad 17/$$

w którym: a - odważka próbki w gramach,

b - ciężar pozostałości nierozpuszczalnej w gramach.

4.2.5. Dokładność oznaczania. Dopuszczalna różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami wynosi 10 % średniej arytmetycznej.

4.2.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z punktem 4.2.5.

4.3. Oznaczanie strat przy prażeniu.

4.3.1. Zasada oznaczania. Prażenie próbki uprzednio wysuszonej i potraktowanej kwasem solnym w temperaturze 1000°C.

4.3.2. Aparatura. Piec mufłowy elektryczny z termoregulacją, pozwalający na osiągnięcie temperatury 1000°C.

4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć z próbki wysuszonej i potraktowanej kwasem solnym, otrzymanej według punktu 4.2.3., 1000 g do tygla porcelanowego i wyprażyć w temperaturze 1000°C do stałego ciężaru.

4.3.4. Obliczanie wyników. Stratę przy prażeniu /X₅/ w procentach obliczyć według wzoru:

$$X_5 = \frac{a-b}{a} \cdot 100 \quad /8/$$

w którym: a - odważka próbki w gramach,

b - ciężar próbki po wyprażeniu w gramach.

4.3.5. Dokładność oznaczania. Dopuszczalna różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami wynosi 10 % średniej arytmetycznej.

4.3.6. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z punktem 4.3.5.

4.5. Obliczanie zawartości kwarcu. Zawartość kwarcu /C/ w procentach obliczyć według wzoru:

$$C = X_3 - /X_4 + X_5 + 0,8602 A + B/ \quad /9/$$

w którym: X_3 - zawartość substancji wysuszonej /6/ w procentach,

X_4 - zawartość substancji łatwo rozpuszczalnych w kwasach /7/ w procentach,

X_5 - strata przy prażeniu /8/ w procentach,

A - zawartość substancji ilastych /3/ w procentach,

B - zawartość skalenia /5/ w procentach.

5. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI TLENU ŻELAZA

5.1. Oznaczanie tlenku żelaza metodą fotometryczną.

5.1.1. Zasada oznaczania. Prażenie próbki uprzednio wysuszonej i potraktowanej kwasem solnym, w temperaturze 700°C, traktowanie jej powtórnie kwasem solnym, odsączenie pozostałości nierozpuszczonej, wydzielanie kwasu krzemowego. Wytworzenie barwnego połączenia jonów żelazowych z rodankiem potasowym. Pomiar zabarwienia przy użyciu fotometru Pulfricha.

5.1.2. Aparatura.

a/ Piec mufłowy elektryczny z termoregulacją, pozwalający na osiągnięcie temperatury 700°C z dokładnością do 10°C.

b/ Fotometr Pulfricha z lampą wolframową 30 W, 6V, filtr S53a.

5.1.3. Odczynniki i roztwory.

a/ Kwas solny /1,19/ cz.d.a., roztwory 1+1 i 1+30,

b/ Rodanek potasowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

5.1.4. Wykonanie oznaczania. Do momentu wydzielania i odsączenia kwasu krzemowego postępować zgodnie z punktem 2.1.4. Po przelaniu roztworu do kolby miarowej pojemności 500 cm³ i odebraniu 250 cm³ roztworu do oznaczenia zawartości tlenku glinu w kolbie miarowej pozos-

tało 250 cm³ roztworu. Z tej ilości roztworu odebrać pipetą 50 cm³ /co odpowiada 0,1 g naważki próbki/ do kolby miarowej pojemności 100 cm³. Dodać wody do objętości około 80 cm³ następnie 10 cm³ roztworu rodanku potasowego, uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać. Roztwór porównawczy sporządzić przez dodanie do kolby miarowej pojemności 100 cm³ około 80 cm³ wody, 1 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/, 10 cm³ roztworu rodanku potasowego. Zawartość w kolbie wymieszać starannie, dodać wody do kreski i ponownie wymieszać. Po 10 minutach zmierzyć ekstynkcję roztworu, posługując się kiuwetą 1 cm i filtrem S53 /filtr zielony/. Jako roztwór kompensacyjny stosować w drugiej kiuwecie przygotowany roztwór porównawczy. Zabarwienie utrzymuje się przez 30 minut i w tym okresie czasu należy dokonać pomiarów.

5.1.5: Obliczanie wyników. Po zmierzeniu ekstynkcji roztworu określić zawartość żelaza X_5 w procentach przy pomocy krzywej kalibracji. Krzywą kalibracji /ekstynkcji/ wykreślić w oparciu o pomiary ekstynkcji roztworów wzorcowych żelaza. Roztwór wzorcowy żelaza sporządzić można albo z drutu żelaznego albo z siarczanu amono-żelazowego.

Przygotowanie roztworu wzorcowego do celów analitycznych: 1,0000 g drutu rozpuścić w 50 cm³ kwasu siarkowego /1+1/. Po rozpuszczeniu dodać 20 cm³ stężonego kwasu azotowego i po usunięciu tlenków azotu roztwór oziębic, przelać do kolby miarowej pojemności 1 dcm³ i uzupełnić wodą do kreski. Z roztworu tego pobrać pipetą 50 cm³, przenieść do kolby miarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,0001 g żelaza.

Przygotowanie roztworu wzorcowego z siarczanu amonowo-żelazowego: 8,75 g /NH₄/Fe/SO₄/2·12H₂O rozpuścić w wodzie w kolbie miarowej pojemności 1 dcm³. Po rozpuszczeniu dodać 80 cm³ kwasu siarkowego /1+1/, oziębic i uzupełnić wodą do kreski. Z roztworu tego pobrać pipetą 50 cm³ przenieść do kolby miarowej pojemności 500 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,0001 g żelaza. Do 20 kolb miarowych, każda pojemności 100 cm³, dodać z biurety kolejno 1, 2, 3 itd. cm³ roztworu wzorcowego według tablicy, uzupełnić wodą do 25 cm³, dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/. Dalej postępować zgodnie z punktem 5.1.4.

Po przeprowadzeniu pomiarów ekstynkcji roztworów wzorcowych, wykreślić krzywą ekstynkcji, odmierzając na osi odciętych procentową zawartość żelaza a na osi rzędnych wartości ekstynkcji. Dla każdego punktu należy sporządzić dwa roztwory i wykonać dwa oznaczenia ekstynkcji. Zawartość żelaza Fe przeliczyć na tlenek żelaza Fe₂O₃ mnożąc przez współczynnik przeliczeniowy 1,43.

Żelazo w %	Ilość cm ³ roztworu wzorcowego	Żelazo w %	Ilość cm ³ roztworu wzorcowego
0,10	1,00	1,10	11,00
0,20	2,00	1,20	12,00
0,30	3,00	1,30	13,00
0,40	4,00	1,40	14,00
0,50	5,00	1,50	15,00
0,60	6,00	1,60	16,00
0,70	7,00	1,70	17,00
0,80	8,00	1,80	18,00
0,90	9,00	1,90	19,00
1,00	10,00	2,00	20,00

5.1.6. Dokładność oznaczenia.

Zawartość żelaza

do 1,0 %
powyżej 1,0 %

Dopuszczalna różnica
między dwoma oznaczeniami

0,05 %
0,10 %

5.1.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z punktem 5.1.6.

5.2. Oznaczanie tlenku żelaza metodą miareczkowania kompleksometrycznego.

5.2.1. Zasada oznaczania. Analogicznie jak w punkcie 5.1.1. aż do momentu wydzielenia i odsączenia kwasu krzemowego. Zmiareczkowanie jonów żelaza roztworem kompleksonu III wobec kwasu salicylowego.

5.2.2. Aparatura. Piec mufłowy elektryczny z termoregulacją pozwalającą na osiągnięcie temperatury 700°C z dokładnością do 10°C.

5.2.3. Odczynniki i roztwory.

- Kwas solny /1,19/ cz.d.a., roztwory 1+1 i 1+30.
- Kwas salicylowy, roztwór 2-procentowy alkoholowy.
- Amoniak /0,90/ cz.d.a.
- Papierek wskaźnikowy, uniwersalny.
- Komplekson III czyli wersanian dwusodowy, roztwór mianowany: 3,721 g kompleksonu III rozpuścić w 1000 cm³ wody w kolbie miarowej. Miano roztworu nastawić na czyste żelazo. Nastawienie miana na roztwór czystego żelaza: odważyć 0,200 g czystego żelaza do zlewki po-

jemności 250 cm³ i rozpuścić ostrożnie w 20 cm³ kwasu solnego /1+1/, przykrywając szkiełkiem zegarkowym. Po rozpuszczeniu przelać zawartość zlewki do kolby miarowej pojemności 1,000 cm³, oziębic i uzupełnić wodą do kreski. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,0002 g żelaza. Odmierzyć biuretą 20, 30, 40 lub 50 cm³ roztworu wzorcowego żelaza do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm³, skontrolować pH roztworu przy pomocy papierka uniwersalnego i doprowadzić roztwór przy pomocy amoniaku i kwasu solnego do pH = 3. Dodać 5 cm³ roztworu kwasu salicylowego, ogrzać roztwór do 40°C i miareczkować jak podano w punkcie 5.2.4. Miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach żelaza na 1 cm³ obliczyć według wzoru:

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

w którym: - objętość roztworu kompleksonu III zużytego do miareczkowania odmierzonej ilości roztworu żelaza w cm³,
 c - dodana objętość roztworu żelaza w cm³,
 0,0002 - zawartość żelaza w gramach w 1 cm³ roztworu wzorcowego żelaza.

5.2.4. Wykonanie oznaczania. Do momentu wydzielenia i odsączenia kwasu krzemowego postępować zgodnie z punktem 2.1.4. Roztwór po odsączeniu kwasu krzemowego przelać do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, rozcieńczyć wodą do objętości około 150 cm³, skontrolować pH roztworu przy pomocy papierka uniwersalnego i doprowadzić roztwór przy pomocy amoniaku i kwasu solnego do pH=3. Roztwór ogrzać do temperatury 40°C, dodać 5 cm³ roztworu kwasu salicylowego i natychmiast miareczkować roztworem kompleksonu III do zmiany barwy roztworu z fioletowej na żółtą. Postępując dalej w sposób opisany w punkcie 2.2.4. można również oznaczyć zawartość tlenu glinu.

6.2.5. Obliczanie wyników. Zawartość tlenu żelaza /D/ w procentach obliczyć według wzoru:

$$D = \frac{f \cdot b \cdot 2,86}{a} \cdot 100$$

w którym: a - odważka próbki w gramach /0,16 g/,
 b - objętość roztworu kompleksonu III zużyta do miareczkowania w cm³,
 f - miano roztworu kompleksonu III wyrażone w gramach żelaza na 1 cm³,
 2,86 - współczynnik przeliczeniowy żelaza na Fe₂O₃.

5.2.6. Dokładność oznaczania.

Zawartość tlenku żelaza	Dopuszczalna różnica między dwoma oznaczeniami
do 1,0 %	0,05 %
powyżej 1,0 %	0,10 %

5.2.7. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z punktem 5.2.6.

K O N I E C