

Wykonanie analizy.

Próbki do poszczególnych oznaczeń odważa się z jednej wspólnej, czystej i suchej próbki średniej.*) Zawartość czystego Al określa się przez oznaczenie procentowo zanieczyszczeń i odjęcie ich sumy od 100.

1. Oznaczenie żelaza.

1,5 ÷ 2,5 g substancji w wysokiej zlewce szklanej zalać około 10 cm³ wody destylowanej (celem uniknięcia gwałtownej reakcji) i następnie dolać z wolna 50 cm³ roztworu 10%-ego chemicznie czystego NaOH i słabo ogrzewać, aż do zupełnego rozpuszczenia badanej próbki. Po odparowaniu do sucha, rozpuścić w 30 cm³ chemicznie czystego rozcieńczonego roztworu HCl (1:1). Nasycić H₂S, odsączyć, przemyć osad na sączku wodą destylowaną, zawierającą nieco H₂S. Ogrzać do wrzenia celem odpędzenia H₂S i po odstawieniu płomienia dodawać ostrożnie kroplami roztwór SnCl₂, aż do zupełnego odbarwienia.

Następnie rozcieńczyć zimną wodą destylowaną (pozbawioną tlenu) do 100 cm³ i po 2-ch minutach dodać 5 cm³ nasyconego roztworu chemicznie czystego HgCl₂, przyczem tworzy się w małej ilości jedwabisty biały osad HgCl. Jeśli utworzony osad jest zbyt gruby lub szaro zabarwiony, próbkę należy odrzucić. Po rozcieńczeniu wodą destylowaną do 500 cm³, dodać 6 ÷ 8 cm³ kwaśnego roztworu MnSO₄ i miareczkować roztworem ¹/₂₀N-KMnO₄ (nastawionym na Fe), aż występujące słabo różowe zabarwienie utrzyma się w ciągu 5 sekund.

PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW.

Roztwór SnCl₂. Rozpuścić 25 g SnCl₂ w 20 cm³ stężonego HCl (c. wł. 1,19) i rozcieńczyć wodą destylowaną do 0,2 litra. Celem utrzymania stałości powyższego roztworu dodać kawałek chemicznie czystej cyny.

Roztwór kwaśny MnSO₄. Rozpuścić 67 g przekrystalizowanego MnSO₄ · 4H₂O w 500 ÷ 600 cm³ wody destylowanej, dodać 138 cm³ H₃PO₄ (c. wł. 1,7) i 130 cm³ stężonego H₂SO₄ (c. wł. 1,84) i rozcieńczyć wodą destylowaną do 1 litra.

DOKŁADNOŚĆ WYNIKÓW PRZY ZAWARTOŚCI:

Fe ≤ 0,5% winna mieścić się w granicach ± 0,01% Fe
Fe > 0,5% " " " " " ± 0,02% Fe

2. Oznaczenie krzemu.

2 do 5 g substancji przy zawartości Si poniżej 0,5%
do 2 g " " " " " Si powyżej 0,5%

zadać mieszaninę kwasów: 10 cm³ HNO₃ (c. wł. 1,4)+20 cm³ HCl (c. wł. 1,19)+40 cm³ H₂SO₄ (1:1) w przykrytej misce porcelanowej, ogrzewać lekko do zupełnego rozpuszczenia metalu i następnie odparowywać, aż do ukazania się białej pary H₂SO₄. (Przy zastosowaniu powyższej mieszaniny kwasów Si nie ulatnia się pod postacią SiH₄). Nieco ostygłą pozostałość wytrawić na gorąco roztworem H₂SO₄ (ok. 100 cm³ 25%-ego). Rozcieńczyć około 100 cm³ wrzącej wody destylowanej, ogrzewać do zupełnego rozpuszczenia się siarczanów, odsączyć mieszaninę Si i SiO₂, przepłukać osad na sączku gorącą wodą destylowaną, zakwaszoną H₂SO₄, wysuszyć i spopielić sączek z osadem w tyglu platynowym. Pozostałość w tyglu stopić z 2 ÷ 5 g mieszaniny Na₂CO₃ i K₂CO₃, z wolna podnosząc temperaturę. Gdy CO₂ przestanie się wydzielać, ogrzewać tygiel przez ok. 10 minut na pełnym płomieniu. Stop wylugować wodą destylowaną, przelać do parowniczkii, odparować z HCl dwukrotnie do sucha na łaźni wodnej, suszyć w suszarce przez ok. 1 godz. w temp. 110° ÷ 120° C, zwilżyć stęż. HCl i po ok. 10 min. rozcieńczyć gorącą wodą destylowaną, zagrzać do wrzenia przy równoczesnym mieszananiu, aż do zupełnego rozpuszczenia chlorków. Wydzieloną krzemionkę odsączyć i po osuszeniu silnie prażyć do stałego ciężaru.

Celem skontrolowania czystości uzyskanej w ten sposób krzemionki, zwilżyć ją (w tyglu platynowym) wodą destylowaną, zadać kilkoma kroplami stęż. H₂SO₄ i ok. 2 cm³ HF, odparowywać początkowo na łaźni wodnej, a następnie bardzo wolno podnosząc temperaturę nad płomieniem palnika, aż do zupełnego odpędzenia kwasu siarkowego. Pozostałość w tyglu po silnem wyprażeniu zważyć. Różnica dwu powyższych ważeń daje ciężar SiO₂.

*) Sposób pobierania próbek zostanie dodatkowo opracowany.

DOKŁADNOŚĆ WYNIKÓW PRZY ZAWARTOŚCIACH:

Si $\leq 0,5\%$ winna mieścić się w granicach $\pm 0,01\%$ Si
 Si $> 0,5\%$ " " " " " $\pm 0,02\%$ Si

3. Oznaczenie miedzi.

a) Przy zawartościach Cu poniżej 0,5%.

12,5 g substancji rozpuścić w misce platynowej w roztworze NaOH (1:3). Roztwór rozcieńczyć i odsączyć nierozpuszczone żelazo i miedź. Po dokładnym przemyciu na sączku rozpuścić osad w podgrzanym roztworze HNO₃ (1:5), dodać 10 cm³ roztworu H₂SO₄ (1:1), odparować, wyługować wodą destylowaną, strącić dwukrotnie żelazo roztworem amonjaku, a oba przesącze zebrać do cylindra miarowego. Po ostygnięciu dodać 10 cm³ roztworu stężonego, chemicznie czystego amonjaku (c. wł. 0,90) i dopełnić do 200 cm³ wodą destylowaną. Intensywność zabarwienia w ten sposób otrzymanego roztworu porównać z roztworami wzorcowymi ustawionymi na statywie z pionową szybą mleczną.

Zwrócić należy uwagę, aby do roztworu nie przedostały się części organiczne np. z sączka, które spowodować mogą zielonkawy odcień roztworu, utrudniający porównanie.

O ile otrzymany z rozpuszczenia 12,5 g substancji roztwór nie odpowie żadnemu z roztworów wzorcowych, to należy go odpowiednio rozcieńczyć, aż do uzyskania tej samej intensywności zabarwienia jednego z roztworów wzorcowych, a w następstwie wynik t. j. zawartość miedzi odpowiednio do stopnia rozcieńczenia pomnożyć.

O ile miedzi jest mniej niż 0,02%, to po wydzieleniu zanieczyszczeń żelaza dodaje się 5 cm³ roztworu amonjaku i rozcieńcza do 100 cm³, wówczas daje się wykazać 0,01% Cu.

PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW WZORCOWYCH.

Roztwór Cu. Rozpuścić miedź elektrolityczną w HNO₃, odparować z H₂SO₄ i wyługować wodą dest., rozcieńczyć w ten sposób, aby w 100 cm³ było 250 mg miedzi czyli 0,0025 g Cu w 1 cm³. Do przygotowanych 8-miu cylindrów miarowych o pojemności po 200 cm³ ze szklanymi doszlifowanymi korkami odpipetować kolejno 25; 15; 10; 7,5; 5; 3; 2; 1 cm³, dodać do każdego cylindra po 10 cm³ roztworu chemicznie czystego amonjaku i dopełnić wodą dest. do 200 cm³. Cylindry zaopatrzyć u góry w odpowiednie etykiety (ilość mg Cu), zamknąć doszlifowanymi korkami szklanymi, które należy uszczelnić przez obwiązanie papierem pergaminowym.

1 cm³ roztworu wzorcowego, zawierającego 0,0025 g Cu przy 12,5 g próbce (rozc. do 200 cm³) odpowiada 0,02% Cu.

b) Przy zawartościach Cu powyżej 0,5%.

4 ÷ 6 g substancji rozpuścić w mieszaninie kwasów w podwójnej ilości, jak pod p. 2, wydzielić krzemionkę (p. 2), zagęścić do 100 cm³ i zobojętnić. Po zaprawieniu 20 cm³ 2N - H₂SO₄ poddać elektrolizie przy 2 V napięcia, w temp. 70° ÷ 80° C. Stosować (z powodu małej ilości Cu) elektrodę z siatki. Całkowite wydzielenie miedzi trwa około 1 godziny.

Po ukończonej elektrolizie nie przerywając prądu, unieść katodę tak, aby dolny koniec tkwił jeszcze w kąpeli i spłókać szybko wodą część górną, a następnie po całkowitem wyjęciu z kąpeli jeszcze raz spłókać ją w całości. Wreszcie wymyć katodę w alkoholu absolutnym, osuszyć i ochłodzić w eksykatorze, poczem zważyć.

DOKŁADNOŚĆ WYNIKÓW PRZY ZAWARTOŚCIACH:

Cu $\leq 0,5\%$ winna mieścić się w granicach $\pm 0,01\%$ Cu
 Cu $> 0,5\%$ " " " " " $\pm 0,02\%$ Cu

4. Oznaczenie cynku.

5 ÷ 10 g substancji rozpuścić w roztworze chemicznie czystego NaOH (1:3), rozcieńczyć i po opadnięciu osadu odsączyć. Osad powtórnie wytrawić roztworem NaOH (1:3) i drugi przesącz dołączyć do pierwszego. Przesącz zalać kilkoma kroplami roztworu Na₂S (20%-wy roztwór NaOH nasycony H₂S), i pozostawić przez noc celem opadnięcia osadu. Po odsączeniu osad rozpuścić w podgrzanym HCl (1:5), odpędzić przez ogrzanie siarkowodór i dodać roztworu amonjaku celem strącenia Al. Po odsączeniu wodorotlenku glinu, zobojętnić roztworem H₂SO₄ (1:1), a następnie lekko zakwaszyć kwasem octowym (1:20); strącić na ciepło siarczki cynku, przepuszczając siarkowodór przez 1,5 ÷ 2,0 godzin. Po całkowitem strąceniu osadu, odsączyć go i przemyć wodą dest. zawierającą ok. 5% roztworu octanu amonowego i nasyconą H₂S. Osad wraz z sączkiem wysuszyć, wyprażyć na pełnym palniku do stałego ciężaru i zważyć wraz z tygłem zawarty w nim ZnO. Celem skontrolowania czystości, zważony ZnO rozpuścić w roztworze HCl (1:5), zagotować i odsączyć od ewentualnego osadu (Al₂O₃), a roztwór po utlenieniu HCl nasyconym bromem, zalać roztworem amonjaku. Jeśli tworzy się osad (glin, żelazo), należy wówczas strącenie ZnS powtórzyć. Celem skontrolowania

identyczności uzyskanego ZnO , rozpuścić go w HCl (1:1), odparować na szkiełku zegarkowym, dodać nieco kwasu octowego (CH_3COOH) i jedną kroplę 1N roztworu $Hg(CNS)_2$. Obecność cynku wykazują białe kryształki podwójnego rodanku cynkowo-ręciowego.

DOKŁADNOŚĆ WYNIKÓW PRZY ZAWARTOŚCIACH:

$Zn \leq 0,05\%$	winna mieścić się w granicach	$\pm 0,01\%$	Zn
$Zn > 0,05\%$	" " " " " "	$\pm 0,02\%$	Zn

5. Oznaczenie Al_2O_3

(Metodę tę podaje się jako tymczasową)

2 ÷ 4 g substancji drobno sproszkowanej zalać w ok. 600 cm³ zlewce, ok. 100 cm³ wody destylowanej. Dodać przy równoczesnym mieszaniu, ok. 15 g siarczanu miedziowo-amonowego i nie przerywając mieszania ogrzewać zwolna do wrzenia, aż do zupełnego rozpuszczenia.

Po ustaniu pierwszego pienienia dodać 2 do 5 kropeł stęż. kwasu solnego, następnie siarczanu miedziowo-amonowego w nadmiarze oraz tyle wody, ile potrzeba do jego rozpuszczenia, poczem znowu ogrzewać do wrzenia. Po kilkuminutowym pienieniu, gdy czarno brunatny roztwór nie zawiera już żadnych stałych części, ustawić zlewkę, przykrytą szkiełkiem zegarkowym, na łaźni wodnej lub piaskowej i pozostawić w temperaturze nieco poniżej wrzenia w ciągu ok. 10 minut. Dla powyższego roztworu przygotować fałdowany sączek ilościowy zagęszczony przez nalanie nieco zawieszonyj wolnej od popiołu, bibuły filtracyjnej. Prawie wrzący roztwór filtrować nie zważając na wydzielający się biały osad. Przemyć wodą, a następnie gorącym średniostężonym kwasem azotowym, aż do ujemnej reakcji filtratu z amonjakiem tak na zabarwienie błękitne jak i biały osad.

Wilgotny sączek spopielić w uprzednio zważonym tygłu platynowym. Po lekkim ostudzeniu tygla zwilżyć jego zawartość małą ilością stęż. kwasu fluorowodorowego i następnie dodać parę kropeł stężonego kwasu azotowego, aż do zniknięcia czarnego krzemu, odparować na łaźni piaskowej, prażyć na pełnym płomieniu palnika i zważyć wraz z tygłem zawarty w nim Al_2O_3 .

identyfikacji wyznaczono 20 rozkładów na w HCl(1:1) odnotowano analityczny rozkład
dotyczy masy kationowego (Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺) i anionowego (Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻).
Czynnik wydziela się w postaci białego osadu, który po przefiltrowaniu i osuszeniu

DOŚWIADCZENIA WYNIKÓW PRZY ZAWIĄZANIACH
Zn < 0,05% woda mierzona w gramach ± 0,01 g
Zn < 0,05% woda mierzona w gramach ± 0,01 g

Instytut Chemii
Warszawa

W celu sprawdzenia czystości wyznaczono 20 rozkładów na w HCl(1:1) odnotowano analityczny rozkład
dotyczy masy kationowego (Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺) i anionowego (Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻).
Czynnik wydziela się w postaci białego osadu, który po przefiltrowaniu i osuszeniu

W celu sprawdzenia czystości wyznaczono 20 rozkładów na w HCl(1:1) odnotowano analityczny rozkład
dotyczy masy kationowego (Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺) i anionowego (Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻).
Czynnik wydziela się w postaci białego osadu, który po przefiltrowaniu i osuszeniu

W celu sprawdzenia czystości wyznaczono 20 rozkładów na w HCl(1:1) odnotowano analityczny rozkład
dotyczy masy kationowego (Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺) i anionowego (Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻).
Czynnik wydziela się w postaci białego osadu, który po przefiltrowaniu i osuszeniu

Nr. Inw. 3657



N2B/N 561

2,00

2561

Publikacja ze zbiorów Biblioteki Głównej AGH w Krakowie



Biblioteka Główna
AGH w Krakowie



Polskie Normy wydane w latach 1924-1945. Digitalizacja i rozpowszechnienie
projekt dofinansowany ze środków budżetu państwa, przyznanych przez Ministra Nauki w ramach
Programu Społeczna Odpowiedzialność Nauki II - moduł: Wsparcie dla bibliotek naukowych

01.12.2024-30.11.2025
BIBL/SP/0002/2024/02



Ministerstwo Nauki
i Szkolnictwa Wyższego
