

## CHEMICKÝ ROZBOR

### OCELÁŘSKÉ STRUSKY

#### Část 4: Stanovení oxidu hlinitého

ve vzorcích neobsahujících fluor

#### ČSN 72 2041 -4

Chemical analysis of steel-making slag. Determination of aluminium oxide content in samples free of fluorine  
Analyse chimique du laitier. Dosage d'oxyde d'aluminium dans les étalons sans fluor  
Chemische Analyse von Stahlschlacke. Bestimmung von Aluminiumoxid in fluorfreien Proben

Tato norma určuje komplexometrickou titrační metodu pro stanovení oxidu hlinitého.

Při provádění rozboru musí být dodrženy všeobecné požadavky stanovené v ČSN 72 2041-1.

#### 1 Podstata metody

Z alikvotního podílu zásobního roztoku po oddělení kyseliny křemičité a chromu, připraveného postupem uvedeným v ČSN 72 2041-2, se oddělí hliník spolu se železem a titanem srážením hexamethylentetraminem. Sraženina se rozpustí v kyselině chlorovodíkové a hliník se oddělí od doprovodných složek hydroxidovým dělením ve formě hlinitanu. Pak se hliník převede do komplexu s di-Na-EDTA, nadbytek činidla se po úpravě pH a redukci vanadu (V) chloridem hydroxylamonným titruje roztokem zinečnaté soli, komplex hliníku se rozloží přidavkem fluoridu sodného a uvolněné činidlo, jehož množství je úměrné obsahu hliníku ve vzorku, se titruje odměrným roztokem zinečnaté soli na xylenovou oranž jako indikátor.

#### 2 Činidla a roztoky

2. 1 Kyselina chlorovodíková,  $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$ , roztok (1 + 1).

2. 2 Kyselina dusičná,  $\rho = 1,40 \text{ g/cm}^3$ , roztok (1 + 1).

2. 3 Hydroxid sodný, roztok 30 % (m/m). Uchovává se v polyethylenové nádobě.

2. 4 Hexamethylentetramin (urotropin), roztoky  $250 \text{ g/dm}^3$  a  $5 \text{ g/dm}^3$ . Uchovávají se v polyethylenových nádobách.

2. 5 Octanový tlumivý roztok: 500 g octanu amonného se rozpustí ve vodě, roztok se zředí na 900 až  $950 \text{ cm}^3$ , přidavkem kyseliny octové,  $\rho = 1,06 \text{ g/cm}^3$ , se upraví pH roztoku na hodnotu 6,0 až 6,5 (přídavek kyseliny octové má být nejvýše  $30 \text{ cm}^3$ ) a pak se objem roztoku doplní vodou na  $1000 \text{ cm}^3$  a promíchá se.

2. 6 Disodná sůl kyseliny ethylendiaminotetraoctové (di-Na-EDTA), roztok  $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,025 \text{ mol/dm}^3$ .

2. 7 Zinek kovový, minimálně 99,99 % (m/m).

2. 8 Octan zinečnatý, odměrný roztok  $c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}) = 0,02500 \text{ mol/dm}^3$ , připravený z kovového

zinku: 3, 269 0 g kovového zinku se rozpustí ve 30 cm<sup>3</sup> roztoku kyseliny chlorovodíkové s přidavkem několika kapek roztoku kyseliny dusičné pro usnadnění rozpouštění. Po rozpouštění kovu se roztok opatrně odpaří až na hustotu sirupu, odparek se rozpustí ve 200 cm<sup>3</sup> vody, přidá se 25 cm<sup>3</sup> octanového tlumivého roztoku, roztok se převede do odměrné baňky na 2000 cm<sup>3</sup>, doplní se vodou po značku a promíchá se.

2. 9 Chlorid hydroxylamonný, NH<sub>2</sub>OH. HCl.

2. 10 Fenolftalein, alkoholický roztok 1 g/dm<sup>3</sup>.

2. 11 Xylenolová oranž, pevná směs s chloridem sodným ve hmotnostním poměru 1: 100.

2. 12 Fluorid sodný, nasycený roztok, upravený roztokem kyseliny chlorovodíkové na fenolftalein do odbarvení. Uchovává se v polyethylenové nádobě.

Federální úřad pro normalizaci a měření

30873