

Jan KULIK

Katedra Chemii Nieorganicznej

WPLYW WYSALANIA CHLOROWODEM NA ZAWARTOŚĆ ŚLADOWYCH IŁOŚCI
Si, B i Na W UWODNIONYM CHLORKU GLINOWYM

W Katedrze Chemii Nieorganicznej opracowano sposób otrzymywania Al_2O_3 wysokiej czystości [1, 2]. Surowiec wyjściowy stanowi uwodniony chlorek glinowy $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Oczyszcza się go przez wysolenie z roztworu wodnego chlorowodem, wskutek czego zanieczyszczenia pozostają w fazie wodnej. Stosunkowo najgruntowniejsze badania tej operacji przeprowadzili Karabasz i współpracownicy [3]. W swej pracy nie uwzględnili oni jednak tak pospolitych zanieczyszczeń jak krzem, bor i sód. W komunikacie zbadano więc zachowanie się wymienionych zanieczyszczeń w procesie wysalania.

1. Wykonanie próby wysalania

Do 40 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sp.cz. umieszczonego w stożkowej kolbie kwarcowej dodano 44 ml wody i 20 ml roztworu zawierającego domieszki Na_2SiO_3 i H_3BO_3 . Po rozpuszczeniu $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ roztwór schłodzono do temp. 0°C i nasycano chlorowodem do momentu, gdy stężenie HCl wyniosło 11 moli/l. Wydzielony $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ odsączono i przemyto kilka razy porcjami kwasu solnego.

2. Analiza wysolonego $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Do 5 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ uzyskanego wg pkt 1, dodano 5 ml HNO_3 . Odparowano do sucha i wyprażono krótko w temp. 200° w tyglu kwarcowym.

Z kolei jego zawartość przeniesiono do tygla platynowego i kalcynowano przez 2 godz. w temp. 1100°C . Powstały z rozkładu tlenek glinowy analizowano przy pomocy spektrografu Q-24. Wykonano również analizę próbki $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sp.cz. zawierającego identyczną ilość zanieczyszczeń jak w punkcie 1.

3. Warunki analizy spektralnej

Źródło wzbudzenia stanowił łuk prądu stałego o natężeniu 8 A. Czas ekspozycji wynosił 30 s. Używano elektrod spektralnych SU 104 f-my Topolčany $\varnothing = 6$ mm. Widma rejestrowano na kliszy Blau Rapid ORWO. Próbkę i wzorec mieszano z proszkiem grafitowym sp.cz. w stosunku 1:1. Jako linii analitycznych używano linii spektralnych: Si 251,6 nm i B 249,77 nm. Zaczernienia linii (P_L) wyznaczano na skali przekształconych zaczernień "P" mikrofotometru. Krzywe analityczne sporządzono w układzie $\Delta P = P_L - P_{t\lambda} = f(\log C)$, gdzie " $P_{t\lambda}$ " oznacza zaczernienie $t\lambda$ w pobliżu linii, a "C" stężenie pierwiastka. Zmniejszanie się, wskutek wysalania, zawartości sodu ustalono na podstawie wyraźnej zmiany różnicy zaczernień ΔP dla linii Na 330,2 nm..

Tablica 1

Wyniki oznaczeń

	Zawartość Si w ppm	Zawartość B w ppm	ΔP dla linii Na 330,2 nm
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sp.cz. po wprowadzeniu domieszek	6,9	5,5	59,8
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ po wysoleniu	1,5	0,53	16,2

LITERATURA

- [1] Horecka A., Kulik J.: Zesz. Nauk. Pol. Śl. Chemia z. 39, 149 (1967).
- [2] Kulik J.: Szkło i Ceramika (w druku).
- [3] Karabasz A.G., Pejzulaev Sz.I., Sljusareva R.J., Meszkova W.M.: Žurnal.chim., 14, 598 (1959).

ВЛИЯНИЕ ВЫСАЛИВАНИЯ ХЛОРОВОДОРОДОМ НА СОДЕРЖАНИЕ
МИКРОКОЛИЧЕСТВ Si, B и Na В ГИДРАТЕ ХЛОРИСТОГО АЛЮМИНИЯ

INFLUENCE OF SALTING OUT WITH HYDROGEN CHLORIDE ON THE TRACE
AMOUNTS OF Si, B AND Na IN HEXAHYDRATED ALUMINIUM CHLORIDE