

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Substancje specjalnie czyste	6195-02
	Kwas solny do celów półprzewodnikowych	
		Grupa katalogowa X 54 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest kwas solny specjalnie czysty do celów półprzewodnikowych.

Kwas solny ma:

- a) wzór chemiczny — HCl,
b) masę cząsteczkową — 36,465 (1961).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Kwas solny do celów półprzewodnikowych jest stosowany przy produkcji elementów półprzewodnikowych oraz do analiz specjalnych.

1.3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-70/6191-90 Odczynniki. Kwas solny

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od stężenia rozróżnia się dwa rodzaje kwasu solnego specjalnie czystego, oznaczone symbolami:

- 20/22 — o zawartości 20 ÷ 22% HCl,
37 — o zawartości co najmniej 37% HCl.

2.2. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się w obu rodzajach dwa gatunki kwasu solnego specjalnie czystego, oznaczone cyframi rzymskimi: I i II.

2.3. Przykład oznaczenia kwasu solnego specjalnie czystego rodzaju 20/22, gatunku I:

KWAS SOLNY sp.cz. I 20/22 BN-72/6195-02

¹⁾ Symbol wg SWW: 1331-612.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Kwas solny specjalnie czysty powinien być cieczą przezroczystą i bezbarwną.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
a) Masa właściwa w 20°C, g/cm ³ , dla rodzaju 20/22 dla rodzaju 37 co najmniej	1,100 ÷ 1,110 1,185	1,100 ÷ 1,110 1,185
b) Kwasu solnego, %, dla rodzaju 20/22 dla rodzaju 37 co najmniej	20 ÷ 22 37	20 ÷ 22 37
c) Glinu (Al), % najwyżej	5 × 10 ⁻⁷	nie normalizuje się
d) Boru (B), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁶	1 × 10 ⁻⁵
e) Żelaza (Fe), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁶	1 × 10 ⁻⁵
f) Miedzi (Cu), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁷	1 × 10 ⁻⁵
g) Arsenu (As), % najwyżej	5 × 10 ⁻⁷	1 × 10 ⁻⁵
h) Niklu (Ni), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁷	1 × 10 ⁻⁶
i) Cynku (Zn), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁶	1 × 10 ⁻⁶
j) Ołowiu (Pb), % najwyżej	5 × 10 ⁻⁷	1 × 10 ⁻⁴
k) Magnezu (Mg), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁶	nie normalizuje się
l) Manganu (Mn), % najwyżej	1 × 10 ⁻⁷	nie normalizuje się
ł) Tytanu (Ti), % najwyżej	5 × 10 ⁻⁸	nie normalizuje się

Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego „Petrochemia”
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora ZPRiP „Petrochemia” dnia 2 lutego 1972 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1972 r.
(Mon. Pol. nr 19/1972 poz. 118)

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	I	II
m) Fosforu (P), %, najwyższej	1×10^{-5}	1×10^{-5}
n) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyższej ¹⁾	2×10^{-4}	2×10^{-4}
o) Wolnego chloru (Cl_2 , %, najwyższej ¹⁾	5×10^{-4}	5×10^{-4}
p) Metali ciężkich, %, najwyższej ¹⁾	1×10^{-4}	1×10^{-4}
r) Popiołu siarczanowego, %, najwyższej ¹⁾	5×10^{-4}	5×10^{-4}

¹⁾ Wielkość parametrów gwarantuje producent; oznaczenie wykonuje się w razie reklamacji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie i przechowywanie. Kwas solny specjalnie czysty należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: butelki względnie kanistry polietylenowe zamykane korkiem polietylenowym oraz nakrętką polietylenową.

Masa netto: w butelkach do 1,3 kg, w kanistrach do 50 kg.

Butelki powinny być umieszczone w skrzynkach drewnianych, zabezpieczone przed przesuwaniem się i zanieczyszczeniem. Po uzgodnieniu z odbiorcą, dopuszcza się opakowanie o innej wielkości i rodzaju z tym zastrzeżeniem, że powinno ono zabezpieczać produkt w stopniu co najmniej równym jak podano wyżej.

Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić znaki ostrzegawcze wg PN-67/O-79252 p. 2.3.6; 2.4.1 oraz 2.4.3.

Okres przechowywania produktu i próbek wynosi 3 miesiące w przypadku dostaw krajowych, a w przypadku eksportu 4 miesiące.

4.2. Transport. Kwas solny specjalnie czysty należy przewozić krytymi środkami transportu zgodnie z przepisami dla materiałów żrących według postanowień dekretu o przewozie przesyłek i osób kolejami oraz według przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

Tablica 2

Rodzaje badań	Wymagania wg
a) Oznaczenie masy właściwej dla rodzaju 20/22 dla rodzaju 37	3.2 a) 3.2 a)
b) Oznaczenie kwasu solnego dla rodzaju 20/22 dla rodzaju 37	3.2 b) 3.2 b)
c) Oznaczenie glinu	3.2 c)
d) Oznaczenie boru	3.2 d)
e) Oznaczenie żelaza	3.2 e)
f) Oznaczenie miedzi	3.2 f)
g) Oznaczenie arsenu	3.2 g)
h) Oznaczenie niklu	3.2 h)
i) Oznaczenie cynku	3.2 i)
j) Oznaczenie ołowiu	3.2 j)
k) Oznaczenie magnezu	3.2 k)
l) Oznaczenie manganu	3.2 l)
ł) Oznaczenie tytanu	3.2 ł)
m) Oznaczenie fosforu	3.2 m)
n) Oznaczenie siarczanów	3.2 n)
o) Oznaczenie wolnego chloru	3.2 o)
p) Oznaczenie metali ciężkich	3.2 p)
r) Oznaczenie popiołu siarczanowego	3.2 r)

5.2. Pobieranie próbek i objętość średniej próbki laboratoryjnej. Próbkę należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Objętość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 1500 cm^3 .

5.3. Opis badań

5.3.1. Wytyczne ogólne. Wszystkie prace przygotowawcze do analizy oraz analizę należy wykonywać w warunkach wysokiej czystości, najlepiej w hermetycznych komorach analitycznych. Do analiz należy stosować wodę dejonizowaną i przedestylowaną z aparatury kwarcowej.

5.3.2. Oznaczenie masy właściwej należy wykonać areometrem wg PN-66/C-04004.

5.3.3. Oznaczenie zawartości kwasu solnego należy wykonać wg BN-70/6191-90 p. 5.2.2.

5.3.4. Oznaczenie zawartości glinu, boru, żelaza, miedzi, arsenu, niklu, cynku, ołowiu, magnezu, manganu i tytanu metodą spektrograficzną

5.3.4.1. Aparatura i materiały pomocnicze

a) Spektrograf kwarcowy średniej dyspersji.

- b) Mikrofotometr nierejestrujący.
 c) Spektroprojektor.
 d) Generator iskry i generator łuku prądu zmiennego.
 e) Grzejnik grafitowy bez odkrytych części metalowych.
 f) Promiennik podczerwieni.
 g) Blok grafitowy grubości 20 mm z otworami o średnicy 6 mm.
 h) Pudełko z polimetakrylanu metylu do przechowywania elektrod z otworami o średnicy 6 mm.
 i) Elektrody grafitowe spektralnie czyste, o średnicy 6 mm i długości 30 mm, ścięte płasko. Elektrody należy wygładzić na jednej z powierzchni czołowych, a następnie poddać przedyskrzeniu

ków każdą odważkę rozpuścić osobno w niewielkiej ilości odpowiedniego rozpuszczalnika.

Otrzymane roztwory przenieść ilościowo do odpowiednich kolb pomiarowych pojemności 100 cm³, oznaczonych symbolami A, B i C wg grupy pierwiastków podanych w tabl. 3 i uzupełnić wodą dejonizowaną do kreski.

Są to roztwory podstawowe, które należy przechowywać w butelkach polietylenowych. Otrzymane wzorcowe roztwory podstawowe (A, B, C) należy rozcieńczyć zgodnie z tabl. 4, uzyskując serię roztworów wzorcowych roboczych o stężeniach 0,1; 0,5; 1; 5; 10; 20 i 50 µg/cm³.

Rozcieńczenie roztworów podstawowych należy przeprowadzić bezpośrednio przed nakraplaniem na elektrody.

Tablica 3

Symbol roztworu	Oznaczany pierwiastek	Stosowany związek chemiczny	Stopień czystości	Odważka g	Rozpuszczalnik
A	Al	Al metaliczny	sp.cz.	0,1000	HCl
	B	H ₃ BO ₃		0,5715	woda dejonizowana
	Fe	Fe ₂ O ₃		0,1429	HCl na gorąco
	Cu	Cu metaliczny		0,1000	HCl z dodatkiem HNO ₃
	As	As metaliczny		0,1000	HCl + 1 kropla HNO ₃
	Ni	NiCl ₂ · 6H ₂ O		0,4043	HCl
	Pb	PbO		0,1075	HCl na gorąco
	Mg	MgO		0,1657	HCl
	Mn	Mn ₃ O ₄		0,1388	HCl
B	Ti	TiO ₂		0,1663	15-procentowy H ₂ SO ₄ + 40-procentowy HF do rozpuszczenia
C	Zn	ZnO		0,1248	HCl

przez 30 s w celu usunięcia lotnych zanieczyszczeń.

Warunki iskrzenia: *L* — 1,5 mH, *C* — 12 nF.

Po wykonaniu tego procesu elektrody zaimpregnować przez kilkakrotne zanurzenie przedyskrzonego końca elektrody w 4-procentowym roztworze polimetakrylanu metylu w chloroformie w celu uzyskania błyszczącej powierzchni.

j) Płyty fotograficzne ORWO-WU2.

k) Mikropipeta kwarcowa pojemności 0,1 cm³.

5.3.4.2. Roztwory

a) Roztwory wzorcowe Al, B, Fe, Cu, Ni, Zn, Pb, Mg, Mn, Ti, As. Przygotowanie roztworów podstawowych dla wzorców stosowanych do analizy kwasu solnego sp.cz. należy wykonać wg tabl. 3.

Po odważeniu podanych w tabl. 3 ilości zwią-

Tablica 4

Stężenie pierwiastków w roztworze użytym do rozcieńczenia µg/cm ³	Robocza ilość roztworu użytego do rozcieńczenia cm ³	Dodana ilość wody dejonizowanej cm ³	Pojemność kolby pomiarowej cm ³	Stężenie pierwiastków w roztworze rozcieńczonym µg/cm ³
1000	2,5	22,5	25	100
100	5,0	5,0	10	50
100	2,0	8,0	10	20
100	2,5	22,5	25	10
10	5,0	5,0	10	5
10	2,5	22,5	25	1
1	5,0	5,0	10	0,5
1	1,0	9,0	10	0,1

b) Roztwór standardu wewnętrznego złota. Podstawowy roztwór standardu wewnętrznego sporzą-

dzić przez rozpuszczenie 0,1451 g spektralnie czystego chlorozłocianu amonowego w niewielkiej ilości wody dejonizowanej i po przeniesieniu do kolby pomiarowej o pojemności 100 cm³ dopełnić wodą do kreski. Roztwór podstawowy rozcieńczyć 100-krotnie.

1 cm³ standardowego roztworu roboczego złota zawiera 10 µg/Au.

Roztwór roboczy standardu wewnętrznego przechowywać należy w butelkach polietylenowych.

c) Roztwory do obróbki fotograficznej płyt

— wywoływacz dwuczęściowy przygotowany w następujący sposób:

roztwór I — w 1000 cm³ wody destylowanej rozpuścić kolejno 4 g metolu, 40 g siarczynu sodowego bezwodnego, 12 g hydrochinonu oraz 9 g bromku potasowego,

roztwór II — w 1000 cm³ wody destylowanej rozpuścić 52 g węglanu sodowego bezwodnego.

Bezpośrednio przed użyciem zmieszać otrzymane roztwory I i II w stosunku 1 : 1;

— kąpiel hartująca — kwas octowy, roztwór 3-procentowy;

— utrwalacz przygotowany w następujący sposób: w 250 cm³ wody destylowanej rozpuścić kolejno 100 g tiosiarczynu sodowego oraz 6,5 g pirosiarczynu potasowego.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. Pobrać 3 próbki badanego kwasu objętości 50 cm³ każda, i odparować w parownicach kwarcowych na grzejniku grafitowym do objętości około 0,5 cm³. Należy uważać, aby kwas podczas odparowywania nie wrzał. Pozostały w parownicach kwas nanieść porcjami po około 0,25 cm³ mikropipetą na przygotowane elektrody górną i dolną. Parownicę przemyć trzykrotnie wodą dejonizowaną w ilości 0,5 cm³ i nanieść na parę elektrod. Podczas nakraplania roztworów elektrody powinny być umieszczone w otworach bloku grafitowego umieszczonego pod promiennikiem podczerwieni. Każdą porcję nakroplonego roztworu należy odparować w temperaturze 50 ÷ 70°C. Równocześnie przygotować serię wzorców. Na tę samą parę elektrod nanieść po 0,1 cm³ roztworów wzorcowych A, B i C o takim samym stężeniu poszczególnych pierwiastków sporządzonych wg tabl. 4, susząc je po każdym nakropleniu kolejnego roztworu.

Na wszystkie elektrody tak z próbkami badanymi jak wzorcami nanieść mikropipetą po 0,05 cm³ roboczego roztworu standardu wewnętrznego złota i suszyć w podany wyżej sposób.

5.3.4.4. Wzbudzenie i rejestracja widm

Warunki naświetlania płyty fotograficznej:

— wysokość otworu w diafragmie na środkowej soczewce — 5 mm,

— szerokość szczeliny — 10 µm,
— wysokość szczeliny — 1 mm,
— źródło wzbudzenia — generator łuku prądu zmiennego o natężeniu 9 A i napięciu 220 V.

Na każdej kliszy wykonać trzykrotne zdjęcie serii wzorców i próbek, stosując spektrograf o średniej dyspersji. Zarówno wzorce jak i próbki przediskrzyć w ciągu 6 s. Następnie naświetlić przez 30 s.

Po wykonaniu zdjęcia wywołać płytę fotograficzną, zanurzając w wywoływaczu w temperaturze 20°C w ciągu około 2 min, hartować przez 15 s, a następnie utrwalać przez 10 min. Otrzymane zdjęcia próbek i wzorców fotometrować na mikrofotometrze, stosując szerokość szczeliny 0,2 mm i wysokość 18 mm.

W celu określenia wielkości zaczernienia par linii analitycznych widma należy stosować do pomiaru następujące linie widm pierwiastków, oznaczanych na spektroprojektorze, o długości fali:

Cu — 327,40 nm	Au — 267,59 nm
Fe — 259,93 nm	Au — 267,59 nm
Al — 308,22 nm	Au — 267,59 nm
B — 249,68 nm	Au — 267,59 nm
As — 234,98 nm	Au — 267,59 nm
Zn — 328,22 nm	Au — 267,59 nm
Pb — 283,31 nm	Au — 267,59 nm
Ti — 324,20 nm	Au — 267,59 nm
Ni — 300,36 nm	Au — 267,59 nm
Mn — 280,10 nm	Au — 267,59 nm
Mg — 280,27 nm	Au — 267,59 nm

Obliczenie zawartości zanieczyszczeń w badanej próbce należy wykonać odkładając na osi odciętych wartość logarytmu stężenia (lg C), a na osi rzędnych różnicę zaczernienia linii widm danego pierwiastka i złota (ΔP).

5.3.4.5. Obliczanie wyników. Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń w badanym kwasie solnym (X_1) obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X_1 = \frac{y \cdot 100}{V \cdot d} \quad (1)$$

w którym:

y — ilość oznaczonego pierwiastka (wartość odczytana z wykresu analitycznego), g,
 V — objętość próbki, cm³,
 d — masa właściwa kwasu solnego oznaczana wg 5.3.2, g/cm³.

5.3.4.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równolegle wykonanych oznaczeń.

5.3.5. Oznaczanie zawartości fosforu

5.3.5.1. Aparatura

a) Łaźnia wodna.
b) Parownica kwarcowa.
c) Probówki kolorymetryczne z doszlifowanymi korkami o średnicy 15 mm.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Pirosiarczyn potasowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

b) Kwas solny sp.cz., roztwór 20-procentowy.

c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.

d) Odczynnik molibdenowo-hydrazynowy przygotowany w następujący sposób:

— roztwór 1 — 1 g molibdenianu amonowego $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ cz.d.a rozpuścić w 100 cm³ 5n roztworu kwasu siarkowego,

— roztwór 2 — 0,15 g siarczanu hydrazyny $(\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4)$ cz.d.a. rozpuścić w 100 cm³ wody.

Bezpośrednio przed użyciem zmieszać 10 cm³ roztworu 1 z 5 cm³ roztworu 2 i rozcieńczyć wodą do 100 cm³.

e) Alkohol izoamylowy cz.d.a.

f) Roztwory wzorcowe fosforu przygotowane w następujący sposób:

— roztwór podstawowy — w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³ rozpuścić w wodzie dejonizowanej 0,1099 g fosforanu jednopotasowego cz.d.a. i uzupełnić wodą do kreski,

— roztwór roboczy — do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ pobrać 1 cm³ roztworu podstawowego i uzupełnić wodą dejonizowaną do kreski; 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 µg fosforu. Roztwór roboczy należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. W parownicy kwarcowej odparować do sucha 10 cm³ badanego kwasu. Dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego, 0,5 cm³ roztworu pirosiarczynu potasowego i ponownie odparować do sucha. Następnie dodać 1 cm³ wody dejonizowanej, słabo ogrzać i przenieść roztwór ilościowo do próbki kolorymetrycznej. Parownicę przemyć 1,7 cm³ 1n roztworu kwasu siarkowego i dwukrotnie po 1 cm³ wody. Dodać 5 cm³ odczynnika molibdenowo-hydrazynowego i ogrzewać na łaźni wodnej przez 10 min.

Równocześnie przygotować skalę wzorców. W tym celu do próbek kolorymetrycznych odmierzyć 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5 oraz 2,0 cm³ roboczego roztworu wzorcowego fosforu, co odpowiada skali wzorców o zawartości 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5 oraz 2,0 µg fosforu. Następnie do wszystkich próbek dodać 1,7 cm³ 1n roztworu kwasu siarkowego, 2 cm³ wody dejonizowanej i 5 cm³ odczynnika molibdenowo-hydrazynowego.

Równocześnie badane próbki i wzorce ogrzewać przez 10 min na łaźni wodnej, następnie schłodzić, dodać do wszystkich próbek po 1 cm³ alkoholu izoamylowego i wstrząsać 10 razy.

Po rozdzieleniu się warstw porównać zabarwienie warstwy alkoholowej próbek i wzorców. Ślepą próbkę stanowi próbka o zawartości 0 cm³ fosforu.

5.3.5.4. Obliczanie wyników. Zawartość fosforu (X_2) w procentach wagowych obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a - a_s) \cdot 100}{d \cdot v} \quad (2)$$

w którym:

a — zawartość fosforu w badanej próbce, g,

a_s — zawartość fosforu w ślepej próbce, g,

d — masa właściwa próbki, g/cm³, obliczona wg 5.3.2,

v — objętość badanej próbki, cm³.

5.3.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczeń.

5.3.6. Oznaczanie zawartości siarczanów jako SO_4^{2-} wykonać wg BN-70/6191-90 p. 5.2.4 dla kwasu solnego cz.d.a.

5.3.7. Oznaczanie zawartości wolnego chloru wykonać wg BN-70/6191-90 p. 5.2.5 dla kwasu solnego cz.d.a.

5.3.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich grupy siarkowodorowej wykonać wg BN-70/6191-90 p. 5.2.6 dla kwasu solnego cz.d.a.

5.3.9. Oznaczanie zawartości popiołu siarczanowego. Do wyprażonej do stałej masy parownicy platynowej lub kwarcowej odmierzyć 200 g badanego kwasu, dodać 1 kroplę kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i odparować ostrożnie do sucha. Pozostałość prażyć przez 5 min w piecu w temperaturze 600°C. Po ostudzeniu w eksykatorze zważyć parownicę.

Badany kwas solny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekracza 1 mg.

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu metodą kolorymetryczną

5.3.10.1. Zakres stosowania metody. Metodę tę stosuje się wówczas, jeżeli nie można oznaczać zawartości arsenu metodą spektrograficzną.

5.3.10.2. Aparatura

a) Aparat do wydzielania arsenowodoru wg rysunku, składający się z:

— kolby reakcyjnej pojemności 100 cm³ 1

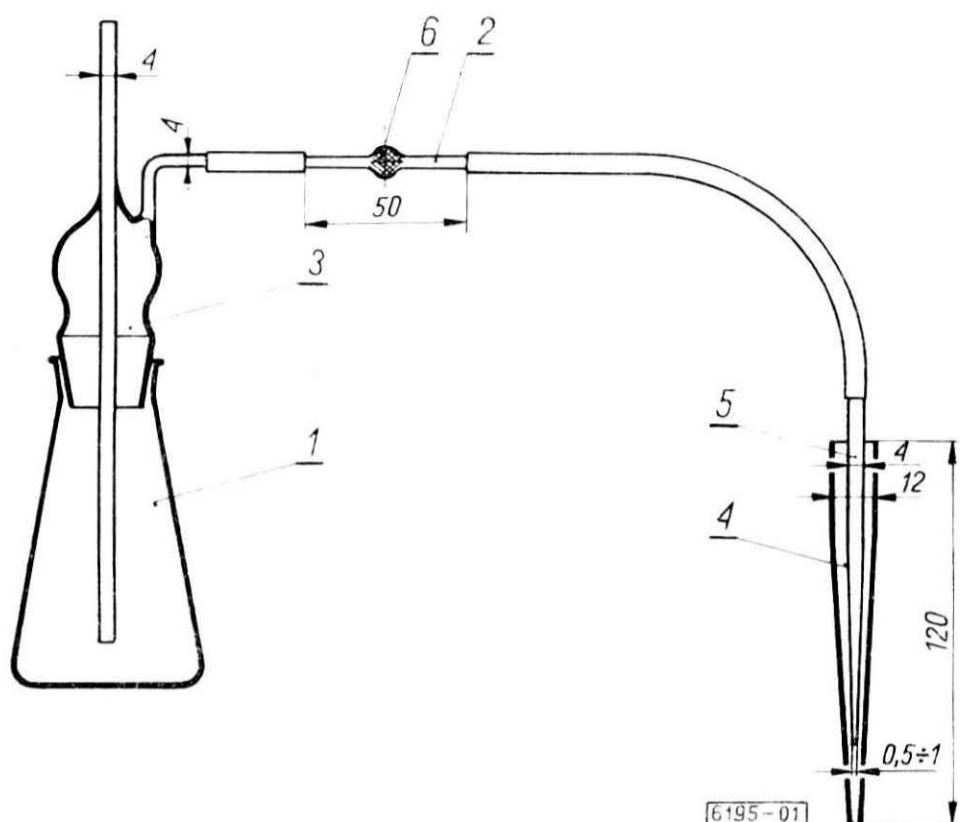
— rurki szklanej 2 z bańką zawierającą watę nasyczoną 5-procentowym roztworem octanu ołowianego i wysuszoną 6

— kołpaka z rurką zabezpieczającą 3

— odbieralnika 4

— rurki kapilarnej 5

Aparat do wydzielenia arsenowodoru



b) Probówki kolorymetryczne z doszlifowanymi korkami.

c) Parownica kwarcowa.

5.3.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol izoamyłowy cz.d.a.

b) Cynk metaliczny granulowany cz.d.a.

c) Chlorek cynawy bezwodny cz.d.a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 40 g chlorku cynawego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w kwasie solnym (1,1).

d) Chlorek rtęciowy cz.d.a., roztwór 1,5-procentowy.

e) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 15-procentowy.

f) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 6n.

g) Kwas solny sp.cz., roztwór 2n.

h) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

i) Odczynnik molibdenowo-hydrazynowy przygotowany w następujący sposób:

— roztwór 1 — w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ rozpuścić w 10 cm³ wody 1 g molibdenianu amonowego cz.d.a. [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O] odmierzonego z dokładnością do 0,0002 g i uzupełnić roztworem kwasu siarkowego do kreski.

— roztwór 2 — 0,250 g siarczanu hydrazyny cz.d.a. (N₂H₄ · H₂SO₄) rozpuścić w 100 cm³ wody.

Przed użyciem zmieszać roztwory 1 i 2, biorąc po 10 cm³ i rozcieńczyć do 100 cm³ wodą.

j) Roztwór wzorcowy arsenu przygotowany w następujący sposób:

— roztwór podstawowy — w zlewce kwarcowej o pojemności 100 cm³ rozpuścić 0,132 g trójtlenku

arsenu sp.cz. w 2 cm³ 1n roztworu wodorotlenku sodowego. Zubożyć niewielką ilością wody słabo zakwaszonej 2n kwasem solnym i przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ i uzupełnić wodą do kreski;

— roztwór roboczy — do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 1 cm³ roztworu podstawowego i uzupełnić do kreski wodą dejonizowaną; 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 μg arsenu.

5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorcowej. Do szeregu probówek kolorymetrycznych o jednakowej średnicy z doszlifowanymi korkami odmierzyć podane w tabl. 5 objętości roztworu wzorcowego arsenu o stężeniu 1 μg/cm³.

Tablica 5

Ilość roztworu wzorcowego arsenu, cm ³	0,1	0,2	0,4	0,8	1,0	1,2
Zawartość arsenu, μg	0,1	0,2	0,4	0,8	1,0	1,2

Probówki z roztworami wzorcowymi uzupełnić do 2 cm³ wodą dejonizowaną i dodać 1 cm³ roztworu chlorku rtęciowego, 0,2 cm³ roztworu kwasu siarkowego i 0,1 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego. Następnie ogrzewać przez 5 min na wrzącej łaźni wodnej, oziębć, dodać po 5 cm³ odczynnika molibdenowo-hydrazynowego. Ogrzewać ponownie przez 15 min na wrzącej łaźni wodnej, oziębć i dodać po 1 cm³ alkoholu izoamyłowego. Następnie probówki zamknąć korkami szlifowanymi i każdą wstrząsać 10 razy.

5.3.10.5. Wykonanie oznaczania. W parownicy kwarcowej odparować 50 cm³ badanego kwasu do objętości około 20 cm³, przenieść ilościowo do kolby reakcyjnej 1 pojemności 100 cm³ (rysunek) i spłukać 40 cm³ wody.

Następnie dodać 2 cm³ roztworu jodku potasowego i 0,5 cm³ roztworu chlorku cynawego i pozostawić na 30 min. Do odbieralnika 4 wlać 1 cm³ roztworu chlorku rtęciowego, 0,2 cm³ roztworu kwasu siarkowego i 0,1 cm³ roztworu nadmanganianu potasowego.

Do kolby reakcyjnej 1 dodać około 5 g granulowanego cynku i szybko połączyć kolbkę reakcyjną z odbieralnikiem 4, zanurzając kapilarę 5 w cieczy odbieralnika. Wydzielający się gaz w kolbie reakcyjnej jest adsorbowany w odbieralniku 4. Reakcja powinna trwać około 1,5 godz. Po zakończeniu reakcji odłączyć odbieralnik 4 wraz z kapilarą 5. Przy dobrze prowadzonej reakcji roztwór w odbieralniku powinien jeszcze zawierać nierozłożony nadmanganian potasowy. Zawartość odbieralnika

przelać do próbki kolorymetrycznej, spłukując 5 cm³ odczynnika molibdenowo-hydrazynowego i 2 cm³ wody dejonizowanej. Próbki ogrzewać we wrzącej wodzie przez 15 min, po czym oziębic i dodać po 1 cm³ alkoholu izoamyłowego. Następnie próbki zamknąć korkami szlifowanymi i każdą silnie wstrząsać 10 razy. Po odstaniu zawartości probówek i rozdzieleniu się warstw porównać wizualnie intensywność zabarwienia warstwy alkoholowej próbki analizowanej oraz ślepej próby z roztworami wzorcowymi.

Przy każdej analizie należy wykonać ślepa próbę.

5.3.10.6. Obliczanie wyników. Zawartość arsenu (X_3) obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X_3 = \frac{(a - a_s) \cdot 100}{d \cdot V} \quad (3)$$

w którym:

- a — zawartość arsenu w próbce badanej, g,
- a_s — zawartość arsenu w ślepej próbie, g,
- d — masa właściwa kwasu solnego, g,
- V — objętość próbki, cm³.

5.3.10.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych oznaczeń.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6195-02

BN-72/6195-02 zastępuje ZN-64/MPCh/SCh-204.