

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Analiza chemiczna miedzi	0828-10/04
	Oznaczanie zawartości krzemu	
		Grupa katalogowa 0359

1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym, przeprowadzenie krzemu w postać aktywną działaniem kwasu fluorowodorowego w temperaturze 60°C, związanie nadmiaru kwasu fluorowodorowego oraz rozkład kwasu fluorokrzemowego kwasem borowym, utworzenie kwasu molibdenowo-krzemowego w roztworze o pH 1,2, ekstrakcja alkoholem *n*-amylovym z roztworu kwasu siarkowego o $c = 0,4 \text{ mol/dm}^3$ i spektrofotometryczne oznaczanie krzemu w postaci błękitu krzemowo-molibdenowego, po redukcji chlorkiem cynawym, przy długości fali 730 nm.

2. Odczynniki i roztwory. Wszystkie roztwory przygotować i przechowywać w naczyniach polietylenowych lub teflonowych.

a) Woda podwójnie destylowana w aparaturze kwarcowej.

b) Kwas azotowy (1,4), roztwór 2+3.

c) Kwas fluorowodorowy sp.cz. do mikroelektroniki, roztwory: 50%(V/V) i 1+99.

d) Kwas siarkowy (1,83), roztwór o $c = 4,5 \text{ mol/dm}^3$.

e) Kwas borowy, roztwór 3 i 1%(m/V): 3 lub 1 g odczynnika rozpuścić w 100 cm³ gorącej wody i ochłodzić roztwór do temperatury 20°C.

f) Kwas cytrynowy, roztwór 10%(m/V).

g) Amoniak (0,91), roztwór izopiesticzny około 0,4%(V/V): umieścić w eksykatorze 2 zlewki szklane napełnione amoniakiem (0,91) i 2 zlewki polietylenowe napełnione wodą. Po 7 ÷ 10 dniach uzyskuje się w zlewkach polietylenowych roztwór amoniaku około 0,4%(V/V).

h) Molibdenian amonowy (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O, roztwór około 2,4%(m/V) o pH 1,2; świeżo przygotowany: 100 cm³ 2,5% roztworu molibdenianu amonowego (który jest trwały do 14 dni) doprowadzić do pH 1,2, dodając przy stałym mieszaniu roztwór kwasu siarkowego o $c = 4,5 \text{ mol/dm}^3$.

i) Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 10%(m/V), świeżo przygotowany.

j) Chlorek cynawy (SnCl₂ · 4H₂O), roztwór 20%(m/V) w roztworze kwasu solnego (1+1), świeżo przygotowany.

k) Alkohol *n*-amylovym.

l) Roztwór do przemywania ekstraktów, świeżo przygotowany: umieścić 150 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 0,5 \text{ mol/dm}^3$ w rozdzielaczu pojemności 250 cm³, dodać 10 cm³ alkoholu *n*-amylovego i wytrząsać 30 s.

m) Roztwór do przemywania rozdzielaczy, świeżo przygotowany: 40 cm³ wody umieścić w zlewce pojemności 150 cm³, dodać 0,8 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 4,5 \text{ mol/dm}^3$, 5 cm³ roztworu molibdenianu wg h), 10 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, 6,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 4,5 \text{ mol/dm}^3$ i 8,5 cm³ wody, mieszając po dodaniu każdego roztworu.

n) Wzorcowe roztwory krzemu:

Roztwór A. 0,1070 g dwutlenku krzemu, wyprażonego uprzednio w temperaturze 1000°C do stałej masy, stopić w tyglu platynowym z 4 g bezwodnego węgla sodowego, wyługować stop w 100 cm³ wody, przemieścić roztwór do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu A zawiera 0,1 mg krzemu.

Roztwór B, świeżo przygotowany: 5 cm³ roztworu A umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 cm³ roztworu B zawiera 0,02 mg krzemu.

3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr z wyposażeniem dla zakresu widma widzialnego lub fotokolorymetr z filtrem o maksimum przepuszczalności w zakresie 720 ÷ 740 nm.

b) Pehametr.

c) Naczynia polietylenowe lub teflonowe: kolby pomiarowe pojemności 500 i 100 cm³, butelki pojemności 500 i 250 cm³, zlewki pojemności 150 cm³, menzurki pojemności 100, 25 i 10 cm³, strzykawki do dozowania odczynników pojemności 20, 10 i 2 cm³ oraz pipety pojemności 10 i 5 cm³. Wszystkie naczynia polietylenowe lub teflonowe należy napełnić na 48 h roztworem kwasu fluorowodorowego (1+99), następnie przemyć 1% roztworem kwasu borowego i wodą.

d) Parownice platynowe pojemności 150 cm³ oraz tygiel platynowy pojemności 30 cm³.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 30 grudnia 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1988, poz. 6)

4. Wykonanie oznaczania

a) Przygotowanie krzywej wzorcowej. W sześciu zlewkach pojemności 150 cm³ umieścić: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 i 5,0 cm³ roztworu wzorcowego B krzemu, dodać po 10 cm³ 3% roztworu kwasu borowego, rozcieńczyć wodą do 25 cm³ i doprowadzić do pH 1,2, dodając kroplami roztworu kwasu siarkowego o $c = 4,5 \text{ mol/dm}^3$. Po 10 min dodać, stale mieszając, po 20 cm³ roztworu molibdenianu amonowego i odstawić na 10 min. Z kolei dodać po 10 cm³ roztworu kwasu cytrynowego, zamieszać, po 1 min dodać po 6,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego o $c = 4,5 \text{ mol/dm}^3$, przelać roztwory do rozdzielaczy pojemności 100 cm³ wstępnie oczyszczonych w danym dniu roztworem do przemywania z dodatkiem 5 cm³ alkoholu *n*-amyłowego przez wytrząsanie w ciągu 1 min i następnie 2 ÷ 3 razy 10 cm³ wody. Zlewki przemyć 8,5 cm³ wody, zamieszać, dodać po 5 cm³ alkoholu *n*-amyłowego i wytrząsać przez 30 s. Po rozdzieleniu się warstw (5 min) spuścić dolne fazy wodne do drugich rozdzielaczy również przemytych w uprzednio opisany sposób, dodać drugą porcję 4 cm³ alkoholu *n*-amyłowego i wytrząsać 30 s. Fazy wodne odrzucić. Pierwsze fazy organiczne spuścić do drugich rozdzielaczy i połączone fazy organiczne przemyć dwukrotnie 10 cm³ roztworu do przemywania ekstraktów, przechylając rozdzielacze dziesięciokrotnie przez 30 s. Roztwory z przemycia odrzucić, a fazy organiczne spuścić do suchych kolb pomiarowych pojemności 10 cm³, uzupełnić do kreski alkoholem *n*-amyłowym i zamieszać. Dodać po 1 kropli roztworu chlorku cynawego, zamieszać, przesączyć przez watę i do 10 min wykonać pomiar absorpcji roztworów błękitu krzemomolibdenowego, przy długości fali 730 nm, w odniesieniu do roztworu nie zawierającego krzemu.

b) Przebieg analizy. Odważkę 10 g próbki umieścić w parownicy platynowej i dodawać na zimno małymi porcjami po 5 ÷ 10 cm³, 90 cm³ roztworu kwasu azotowego. Po rozpuszczeniu próbki roztwór odparować do gęstości syropu, dodać 3 krople 50% roztworu kwasu fluorowodorowego i 10 cm³ wody, umieścić pa-

rownicę na łaźni wodnej o temperaturze 60°C i ogrzewać przez 30 min. Równolegle wykonać ślełą próbę. Roztwór rozcieńczyć 50 cm³ wody, zamieszać, oziębnić, przelać do kolby pomiarowej polietylenowej pojemności 100 cm³ zawierającej 25 cm³ 3% roztworu kwasu borowego, uzupełnić wodą do kreski, zatkać korkiem polietylenowym i zamieszać.

W zależności od zawartości krzemu odmierzyć do zlewki pojemności 150 cm³ część roztworu wg tablicy, dodać odpowiednią ilość 3% roztworu kwasu borowego, uzupełnić wodą do objętości 25 cm³, doprowadzić do pH 1,2, dodając kroplami roztworu amoniaku, stale mieszając.

Zawartość krzemu %	Objętość roz- tworu pobrane- go do analizy	Objętość 3% roztworu kwa- su borowego
	cm ³	
od 0,0001 do 0,0005	20	5,0
powyżej 0,0005 do 0,001	10	7,5

Po 10 min dodać 0,4 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, następnie po 2 min 20 cm³ roztworu molibdenianu i dalej postępować wg 4a), wykonując pomiar absorpcji roztworu w odniesieniu do roztworu ślepej próby.

5. Obliczanie wyników. Zawartość krzemu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_1 — masa krzemu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka próbki odpowiadająca odebranej części roztworu, g.

6. Różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać — przy zawartości krzemu:

- od 0,0001 do 0,0002% — 0,00005%,
- powyżej 0,0002 do 0,0005% — 0,00008%,
- powyżej 0,0005 do 0,001% — 0,0003%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.
2. Autor projektu normy — dr inż. Izabella Adamiec — Instytut Metali Nieżelaznych.