

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-83
	Kwas fluoroborowy Metody badań	6014-08
	Oznaczanie małych zawartości krzemionki metodą fotokolorymetryczną	Grupa katalogowa 1019

1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda fotokolorymetryczna oznaczania małych zawartości krzemionki w kwasie fluoroborowym.

2. Zakres stosowania. Metodą podaną w normie można oznaczać krzemionkę w ilościach $0,05 \pm 0,45$ mg w próbce analitycznej.

3. Zasada metody polega na utworzeniu w kwaśnym środowisku ($\text{pH } 1,4 \pm 0,1$) żółtego kompleksu krzemu z molibdenianem amonowym - heteropolikwasu krzemomolibdenowego i fotometrycznym pomiarze intensywności zabarwienia przy długości fali 400 nm. Kompleksowanie fluoru jodem glinowym.

4. Aparatura i przyrządy

a) Spektrofotometr lub fotokolorymetr z kuwetami o grubości warstwy absorpcyjnej 5 cm, np. Spekol z przystawką EK-5.

b) Kolby pomiarowe polietylenowe lub z innego tworzywa nie zawierającego krzemionki, pojemności 100 ml i 250 ml.

c) Mieszadło magnetyczne.

d) Parownica platynowa pojemności około 150 ml i tygiel platynowy pojemności około 30 ml.

e) Pełhametr wyposażony w elektrody szklaną i kalomelową.

f) Zlewki polietylenowe lub z innego tworzywa nie zawierającego krzemionki, pojemności 100 ml.

5. Odczynniki i roztwory. Przy wykonywaniu analizy należy stosować odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. Ponadto do oznaczania krzemionki w ilościach śladowych musi być stosowana, zarówno do przygotowania odczynników, jak i do wykonywania oznaczeń, woda destylowana 2-krotnie i nie z aparatury szklanej.

Roztwory wzorcowe krzemionki, jak i wszystkie roztwory stosowane do oznaczania krzemionki należy przechowywać w kolbach lub butelkach polietylenowych.

a) Chlorek glinowy, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, roztwór przygotowany w następujący sposób: 40 g soli rozpuścić w wodzie w

kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

b) Kwas siarkowy, roztwór o $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ mole/l.

c) Kwas szczawiowy, roztwór 6% (m/m).

d) Molibdenian amonowy, roztwór 10% (m/m).

e) Roztwór wzorcowy krzemionki - podstawowy (I), przygotowany w zależności od posiadanej odczynnikowej wg jednego z trzech podanych sposobów:

- 4,732 g $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie, rozcieńczyć wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i wymieszać,

- 3,5307 g $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie, rozcieńczyć wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i wymieszać,

- 0,2500 g wyprażonej i sproszkowanej krzemionki (SiO_2) odważyć w tyglu platynowym i stopić z 2,5 g bezwodnego, bezkrzemionkowego węglanu sodowego (Na_2CO_3). Stop rozpuścić w wodzie, ogrzewając łagodnie aż do uzyskania klarownego roztworu. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do zlewki polietylenowej, ostudzić i po rozcieńczeniu wodą do objętości około 100 ml przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml. Zawartość kolby uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i natychmiast przenieść do butelki polietylenowej lub z innego tworzywa nie zawierającego krzemionki. 1 ml tego roztworu zawiera 1 mg SiO_2 .

f) Roztwór wzorcowy krzemionki - roboczy (II), przygotowany przez 20-krotne rozcieńczenie wodą roztworu podstawowego. 1 ml tego roztworu zawiera 0,05 mg SiO_2 .

g) Węglan sodowy bezwodny, Na_2CO_3 , nie zawierający krzemionki.

h) Wodorotlenek sodowy, roztwór 20% (m/m).

6. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do zlewek polietylenowych pojemności 150 ml odmierzyć kolejno objętości roboczego roztworu wzorcowego krzemionki wg tablicy.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 16 czerwca 1983 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1983 poz. 24)

Objętość roztworu wzorcowego roboczego krzemionki ml	Zawartość SiO ₂ mg
0 ¹⁾	0
1	0,05
2	0,10
3	0,15
5	0,25
7	0,35
9	0,45
¹⁾ Roztwór kompensacyjny.	

Roztwory w zlewkach rozcieńczyć wodą do objętości około 60 ml i powoli, dodając kroplami roztwór kwasu siarkowego, doprowadzić (stosując pehametr) kwasowość roztworów do pH 1,4. Następnie ciągle mieszając, dodać kolejno do zlewek po 5 ml roztworu molibdenianu i ponownie, za pomocą kwasu siarkowego, doprowadzić pH do 1,4. Roztwory odstawić na 10 min, po czym kolejno przenieść ilościowo do kolb pomiarowych polietylenowych pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Wykonać pomiary absorbancji roztworów przy długości fali 400 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 5 cm, stosując roztwór kompensacyjny jako odnośnik.

Dla uzyskanych danych wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartość krzemionki w miligramach.

7. Wykonanie oznaczania. Do parownicy platynowej pojemności około 150 ml odważyć 20 g próbki kwasu fluoroborowego z dokładnością do 0,001 g. Roztwór rozcieńczyć wodą do objętości około 80 ml i dodać roztworu wodorotlenku sodowego do odczynu słabo alkalicznego wobec papierka uniwersalnego. Roztwór wodorotlenku sodowego dodawać kalibrowaną pipetą i ilość dodaną zapisać. Następnie roztwór w parownicy ogrzewać około 20 + 30 min, nie doprowadzając do wrzenia, ostudzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej z polietylenu pojemności 250 ml, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Do zlewki polietylenowej pojemności 100 ml odmierzyć pipetą 25 ml roztworu, dodać 10 ml roztworu chlorku glinowego, rozcieńczyć wodą do objętości około 50 ml i doprowadzić pH do 1,4 za pomocą roztworu wodorotlenku sodowego kontrolując pH pehametrem.

Następnie dodać 5 ml roztworu molibdenianu amonowego i ponownie doprowadzić pH do 1,4 kwasem siarkowym. Po 10 min dodać 10 ml kwasu szczawiowego, roztwór przenieść do kolbki pomiarowej polietylenowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Po 10 min wykonać pomiar absorbancji, stosując roztwór kompensacyjny, przygotowany wg p.6, jako odnośnik.

Należy zapisać objętości roztworów kwasu siarkowego i wodorotlenku sodowego zużyte do ustalenia pH próbki, tak aby przy wykonywaniu równoległych oznaczeń nie korzystać już z pehametru.

Równocześnie z próbkami należy wykonać pomiary absorbancji 2 - 3 punktów krzywej wzorcowej w zakresie, w którym spodziewana jest zawartość krzemionki w próbce badanej oraz wykonać pomiar absorbancji próby ślepej, przygotowanej w następujący sposób: do zlewki polietylenowej pojemności 100 ml dodać roztworu wodorotlenku sodowego w objętości 2,5-krotnie mniejszej od tej, jaką dodano do alkalizowania próbki badanej. Następnie dodać 40 ml roztworu chlorku glinowego i mieszając roztwór mieszałem magnetycznym oraz kontrolując jego odczyn pehametrem doprowadzić pH do 1,4 za pomocą roztworu kwasu siarkowego. Roztwór przenieść ilościowo do kolbki pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski, wymieszać i przesączyć przez suchy sączonek do suchego naczynia. Do zlewki polietylenowej pojemności 100 ml odmierzyć pipetą 25 ml przesączone, dodać wody do objętości około 50 ml, 5 ml roztworu molibdenianu amonowego i dalej postępować, jak przy próbce badanej. Dla zmierzonych wartości absorbancji odczytać z krzywej wzorcowej zawartość krzemionki.

Zawartość krzemionki (X) obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 250 \cdot 100}{m_3 \cdot 25 \cdot 1000} = \frac{m_1 - m_2}{m_3}$$

w którym:

m_1 - zawartość krzemionki w próbce badanej, mg,

m_2 - zawartość krzemionki w próbce ślepej, mg

m_3 - odważka badanego kwasu fluoroborowego, g.

8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 10% wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Normy międzynarodowe i zagraniczne

ISO/TC 47(SC 10) United Kingdom - 14/86 Fluoroboric Acid 1974 - odpowiednik BS 2657 - 1974.

British Standard Specification for Fluoroboric Acid and Metallic Fluoroborates for Electroplating, BS 2657 - 1956.

3. Autor projektu normy - mgr Zofia Sosin - Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.