УДК 669.782 : 546.41.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения кальция

Crystal silicon.
Method of calcium determination

ГОСТ 19014.3—73*

Взамен
ГОСТ 2178—54
в части разд. V

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23 июля 1973 г. № 1804 срок введения установлен

с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 15 августа 1984 г. № 2874 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения кальция (при массовой доле кальция от 0,3 до 1,6%) в кристаллическом кремнии.

Метод основан на комплексонометрическом титровании кальция. Мешающие компоненты (железо, титан и т. д.) маскируются триэтаноламином и винной кислотой.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 19014.0—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 20%.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор. Поправочный коэффициент для 0,05 М раствора трилона находят, как указано в разд. 2 ГОСТ 19014.1—73.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (ноябрь 1985 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1979 г., августе 1984 г. (ИУС 8—79, 11—84)

gost.e-ecolog.ru

Индигокармин, раствор с массовой долей 25% в растворе этилового спирта с массовой долей 50%.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Тимолфталеин.

Флуоресцеин.

Индикаторная смесь I; готовят следующим образом: 0,4 г флуоресцеина, 0,33 г тимолфталеина и 40 г хлористого калия смешивают и растирают в агатовой ступке.

Мурексид. Индикаторная смесь II; готовят следующим образом: 1,0 г флуоресцеина, 0,4 г мурексида, 40 г хлористого калия смешивают и растирают в агатовой ступке.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Триэтаноламин, разбавленный 1:9.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 50%.

Стандартный раствор азотнокислого цинка, 0,05 М раствор; готовят, как указано в разд. 2 ГОСТ 19014.1—73.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Для проведения анализа используют раствор, приготовленный, как указано в п. 3.1 ГОСТ 19014.1—73.

Из мерной колбы вместимостью 250 см^3 отбирают 100 см^3 раствора в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 10 см^3 раствора триэтаноламина, 10 см^3 раствора винной кислоты. Далее добавляют 3—5 капель раствора индигокармина и гидроокиси калия до изменения окраски индикатора I или II из синей в желтую, после чего добавляют еще избыток гидроокиси калия 3—4 см^3.

К полученному раствору добавляют 0,1—0,2 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из зеленой в фиолетовую с одновременным гашением флуоресценции.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{vK \cdot 0{,}002004 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где v — количество 0,05 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование кальция, см^3;

0,002004 — титр 0,05 М раствора трилона Б, выраженный в граммах кальция;

V — объем исходного раствора, $см^3$;
V_1 — аликвотная часть раствора, $см^3$;
K — поправочный коэффициент;
m — навеска кремния, г.

4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа, абс. %
От 0,3 до 1,0	0,05
Свыше 1,0 до 1,6	0,07

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 3 ГОСТ 19014.3—73 Кремний кристаллический. Метод определения кальция

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.06.89 № 2091

Дата введения 01.01.90

Наименование стандарта. Заменить слово: **«Метод»** на **«Методы»**; **«Method»** на **«Methods»**.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция (при массовой доле кальция от 0,30 до 1,60 %) в кристаллическом кремнии».

Стандарт дополнить разделом — 1*а*:

«1а. Титриметрический метод

Сущность метода основана на комплексонометрическом титровании кальция Мешающие компоненты (железо, титан и т. д.) маскируются триэтаноламином и винной кислотой или отделяются гексаметилентетрааминоМ».

Раздел 2. Третий абзац. Заменить значение: 25 % на 0,25 %;

четвертый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 5962—67» на «технический по ГОСТ 18300—87»; «0,05 М раствор» на «раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ (3 раза);

дополнить абзацами:

«Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Гексаметилентетраамин (уротропин) технический по ГОСТ 1381—73, раствор с массовыми долями 25 и 0,5 %».

Раздел 3 после слов «индигокармина и» дополнить словом: «раствор»; исключить слова: «индикатора I или II»;

третий абзац после слов «индикаторов» дополнить значениями: «I или II»;

дополнить абзацем: «Отделение гидроксидов железа, титана и алюминия допускается проводить следующим образом: из мерной колбы вместимостью 250 см³ отбирают 100 см³ раствора в стакан вместимостью 400 см³. Затем приливают 5—6 капель азотной кислоты и нагревают до кипения. Раствор нейтрализуют аммиаком до начала выпадения осадка гидроксидов. Осадок растворяют соляной кислотой, разбавленной 1:1, приливаемой по каплям. К раствору добавляют 0,5 г хлористого аммония, приливают 10 см³ раствора уротропина с массовой долей 25 %, нагревают в течение 20 мин для коагуляции осадка и фильтруют в коническую колбу вместимостью 500 см³ через фильтр «белая лента». Осадок промывают 5—6 раз теплым раствором уротропина с массовой долей 0,5 %, смывая этим раствором стенки стакана. К фильтрату добавляют 3—4 капли раствора индигокармина и далее определение кальция проводят, как указано в п. 3.1».

Раздел 4. Наименование изложить в новой редакции: **«4. Обработка результатов»**

Пункт 4.1. Экспликация. Заменить слова: «количество» на «объем раствора»; «0,05 М раствора» на «раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³» (2 раза); «объем исходного» на «общий объем», «титр» на «массовая концентрация»; «аликвотная часть» на «объем аликвотной части», «навеска» на «масса навески».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Допускаемые расхождения сходимости, %	Допускаемые расхождения воспроизводимости, %
От 0,30 до 1,00 включ.	0,05	0,09
Св. 1,00 » 1,60 »	0,07	0,12

Метод применяют при разногласиях в оценке качества кремния кристаллического».

Стандарт дополнить разделами — 5—8:

«5. Атомно-абсорбционный метод

Сущность метода состоит в измерении атомной абсорбции кальция при длине волны 422,7 нм в пламени закись азота-ацетилен.

6. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр со всеми принадлежностями типа «Перкин-Эльмер», «Сатурн» или аналогичный.

Лампа с полым катодом для кальция.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Закись азота в баллонах медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный при 400 °С.

Смесь для сплавления: смешивают натрий углекислый и натрий тетраборнокислый в соотношении 6:1 (по массе).

Стандартный раствор кальция: 1,2500 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 105 °С и охлажденного в эксикаторе, помещают в стакан вместимостью 400 см³, смачивают водой, добавляют 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 80—100 см³ воды. После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г кальция.

Раствор-фон: 160 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 1000 см³, смачивают водой и осторожно, небольшими порциями, приливают 700 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

7. Проведение анализа

7.1. Для проведения анализа используют раствор, приготовленный, как указано в п. 7.1 ГОСТ 19014.1—73, и разбавляют его в 10 раз.

Измеряют значение атомной абсорбции в растворах пробы, растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 422,7 нм в пламени закись азота-ацетилен. Массу кальция в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

7.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 250 см³ приливают по 50 см³ раствора-фона. Затем вводят 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003 г кальция.

Растворы доливают водой до метки, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 7.1.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массам кальция строят градуировочный график.

8. Обработка результатов

8.1. Массовую долю кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса кальция в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса кальция в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

10 — величина, учитывающая разбавление раствора;

m — масса навески пробы, г.

8.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице.»

(ИУС № 11 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru