МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 19014— 2024

КРЕМНИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы химического и спектрометрических анализов

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 99 «Алюминий»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 ноября 2024 г. № 179-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 января 2025 г. № 9-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19014—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2025 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 19014.0—73, ГОСТ 19014.1—73, ГОСТ 19014.2—73, ГОСТ 19014.3—73, ГОСТ 19014.4—73

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия 3
5 Фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа 7
6 Титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция 9
7 Фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения титана 12
8 Метод рентгенфлуоресцентного анализа массовых долей железа, алюминия, кальция, фосфора, марганца, титана, хрома, меди, никеля, ванадия 14
9 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определения содержания железа, алюминия, кальция, титана, фосфора, марганца, хрома, ванадия, меди, циркония 16

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КРЕМНИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы химического и спектрометрических анализов

Silicone metal. Methods of chemical and spectrometric analysis

Дата введения — 2025—06—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает:

- общие требования к методам химического и спектрометрических анализов технического кремния (далее — кремний);
- титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,30 % до 1,60 %) в кремнии;
- фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа (при массовой доле железа от 0,30 % до 1,60 %) в кремнии;
- титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция (при массовой доле кальция от 0,30 % до 1,90 %) в кремнии;
- фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения титана (при массовой доле от 0,10 % до 0,40 %) в кремнии;
- рентгенофлуоресцентный метод определения массовых долей железа, алюминия, кальция, фосфора, марганца, титана, хрома, меди, никеля, ванадия в кремнии;
- атомно-эмиссионный метод спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определения содержания железа, алюминия, кальция, титана, фосфора, марганца, хрома, ванадия, меди, циркония.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия.

ГОСТ 1381 Уротропин технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2169—XXXX Кремний технический. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия
ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия
ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пиросернокислый
ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия
ГОСТ 18300[1)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 18704 Кислота борная. Технические условия
ГОСТ 19807 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки
ГОСТ 24104[2)] Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25086 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа по ГОСТ 25086 с дополнениями, указанными в 3.2—3.12.

3.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят в соответствии с разделом 3 ГОСТ 2169—XXXX со следующим дополнением:

- полученную среднюю пробу сокращают методом квартования до массы не менее 10—15 г и растирают в яшмовой или агатовой ступке до величины зерна, проходящего через сито с сеткой № 008 по ГОСТ 6613.

Допускается измельчать пробу с помощью вибрационного или какого-либо другого истирателя, используя стаканы или ступки, исключающие возможность загрязнения пробы определяемыми примесями. Повторное отмагничивание пробы не проводят.

3.3 Массовую долю компонентов в кремнии титриметрическим, фотометрическим и атомно-абсорбционным методами определяют параллельно в трех навесках, для остальных методов определяют в двух навесках. Одновременно в тех же условиях проводят один контрольный опыт для внесения в результат анализа соответствующей поправки.

[1)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[2)] Утратил силу в Российской Федерации. В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3.4 За результат анализа принимают среднее арифметическое двух или трех, в зависимости от метода, указанных в 3.3, параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает допускаемых расхождений повторяемости при доверительной вероятности P = 0,95.

Расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях, не должно превышать допускаемого расхождения воспроизводимости для соответствующего диапазона концентраций определяемого компонента.

3.5 Контроль точности результатов анализа проводят на стандартных образцах.

Средний результат воспроизведенного значения аттестованной характеристики стандартного образца может отличаться от указанного в свидетельстве не более чем на половину значения допускаемого методикой расхождения воспроизводимости для соответствующего диапазона концентраций определяемого компонента.

Для метода атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой анализ растворов стандартных образцов проводят для двух параллельных навесок. Абсолютное значение расхождения между результатом анализа контрольного (стандартного) образца X и принятым опорным (аттестованным) значением $X_{ат}$ не должно превышать значение норматива контроля правильности δ: $|X - X_{ат}| \leq \delta$.

Результат анализа, удовлетворяющий требованиям 3.4 и 3.5, принимают за окончательный.

3.6 Расширенная неопределенность результатов измерения $U(X)$ рассчитывается по формуле

$$U(X) = k \cdot u(x), \quad (1)$$

где k — коэффициент охвата, равный 2 для вероятности охвата 95 % в предположении нормального распределения измеряемой величины x;

$u(x)$ — стандартная неопределенность измерения, равная $R/2{,}77$ при $n = 2$ и равная $R/3{,}31$ при $n = 3$, где n — количество параллельных определений.

3.7 Для проведения анализа применяют лабораторную и мерную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 25086 и ГОСТ 6563.

3.8 Для взвешивания навесок используют лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности типа ВЛР-200 или аналогичные.

3.9 При эксплуатации электронагревательного оборудования погрешность измерения температуры не должна превышать ±5 °С для 100—400 °С, ±20 °С для 400—800 °С, ±50 °С для 800—1000 °С, если это не оговорено в конкретной методике измерения.

3.10 При построении градуировочных графиков по итогам применения фотометрических методов каждая точка строится по среднеарифметическим результатам трех параллельных определений.

3.11 Допускается применение другой аппаратуры, материалов, посуды и реактивов, обеспечивающих показатели точности не хуже регламентируемых методикой анализа.

3.12 После окончания гарантийного срока действия реактивов допускается провести проверку пригодности реактивов для определения массовой доли компонентов, указанных в соответствующих стандартах, путем анализа стандартного образца кремния при условии выполнение норматива контроля правильности.

4 Титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения алюминия

4.1 Титриметрический метод

Сущность метода состоит в удалении кремния в виде тетрафторида в отделении титана и железа в виде гидроксидов. Алюминий определяют комплексонометрическим методом, титруя избыток трилона Б раствором азотнокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым при pH = 5,5.

Метод применяется при массовой доле алюминия от 0,30 % до 1,60 % в кремнии.

4.1.1 Реактивы и растворы

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 20 %-ный раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Стандартный раствор азотнокислого цинка, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом:

3,269 г цинка растворяют при нагревании в смеси 100 см^3 воды и 15 см^3 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 5—10 см^3 и разбавляют водой до 1000 см^3.

Ацетатный буферный раствор готовят следующим образом:

250 г кристаллического уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в воде, добавляют 20 см^3 уксусной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1 %-ный раствор.

Раствор годен в течение 10 дней.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 раствор готовят следующим образом:

18,6 г трилона Б растворяют в воде, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения поправочного коэффициента раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 трилона Б отбирают из бюретки 20 см^3 раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и разбавляют водой до 200 см^3. Прибавляют 5—6 капель ксиленолового оранжевого и по каплям аммиак до появления синей окраски, которую устраняют добавлением по каплям соляной кислоты, разбавленной 1:1, до появления желтой окраски. Затем в колбу приливают 20 см^3 ацетатного буферного раствора и титруют раствором азотнокислого цинка до изменения окраски из желтой в розовую.

Поправочный коэффициент для раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 трилона Б (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{v}{v_1}, \qquad (2)$$

где v — количество раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 азотнокислого цинка, см^3;

v_1 — количество раствора трилона Б, см^3.

Если для контрольного опыта берут столько же раствора трипона Б, сколько для пробы, то поправочный коэффициент для раствора трилона Б можно не определять.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

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

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

4.1.2 Проведение анализа

Навеску кремния массой 2 г помещают в платиновую чашку вместимостью 200 см^3, смачивают водой, добавляют 30 см^3 фтористоводородной кислоты, затем небольшими порциями 15 см^3 азотной кислоты.

По окончании бурной реакции стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1 и выпаривают до появления белых паров ангидрида серной кислоты. Затем осторожно обмывают стенки чашки водой из промывалки и выпаривают досуха.

К сухому остатку прибавляют 5 г пиросернокислого калия и сплавляют при температуре около 800 °С или сухой остаток сплавляют с 8 г смеси для сплавления при температуре 950 °С. Плав растворяют в 15—30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1 при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Из приготовленного таким образом раствора определяют массовую долю алюминия, железа, кальция и титана, отбирая на каждое определение соответствующую аликвотную часть.

Из мерной колбы вместимостью 250 см^3 отбирают 100 см^3 раствора в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 25 см^3 раствора трилона Б, нагревают почти до кипения, прибавляют при перемешивании 50 см^3 раствора гидроокиси натрия, охлаждают, доводят водой до метки и перемеши-

вают. Раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр «синяя лента». Фильтрат собирают в сухую коническую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Отбирают 100—200 см^3 раствора, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 3—4 капли ксиленолового оранжевого и нейтрализуют раствор соляной кислотой, разбавленной 1:1, до перехода окраски индикатора в желтый цвет. После нейтрализации к раствору прибавляют 20 см^3 ацетатного буферного раствора, кипятят 2—3 мин, охлаждают, вновь прибавляют 3—4 капли ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б раствором азотнокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в розовую.

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

4.1.3 Обработка результатов

4.1.3.1 Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(v \cdot K - v_1) \cdot 0{,}00135 \cdot V \cdot V_2}{m \cdot V_1 \cdot V_3} \cdot 100, \quad (3)$$

где v — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 содержащийся в аликвотной части, взятой для титрования, см^3;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3;

v_1 — объем раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 израсходованный на титрование избытка трилона Б, см^3;

0,00135 — массовая концентрация раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, выраженный в граммах алюминия, на см^3;

V — общий объем раствора, см^3;

V_2 — объем мерной колбы, в которой проводят отделение железа и титана, см^3;

m — масса навески кремния, г;

V_1 — объем аликвотной части распора, отбираемой для отделения железа и титана, см^3;

V_3 — объем аликвотной части раствора, отбираемый для определения алюминия, см^3.

Если для контрольного опыта прибавляют столько же раствора трилона Б, сколько для пробы, то массовую долю алюминия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0{,}00135 \cdot V \cdot V_2}{m \cdot V_1 \cdot V_3} \cdot 100, \quad (4)$$

где v — объем раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 израсходованный на титрование избытка трилона Б в контрольном опыте, см^3;

v_1 — объем раствора азотнокислого цинка с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 израсходованный на титрование избытка трилона Б в пробе, см^3.

4.1.3.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Допускаемые расхождения результатов параллельных определений

Массовая доля алюминия, %	Допускаемое расхождение, %	
	предел повторяемости, r	предел воспроизводимости, R
От 0,30 до 1,00 включ.	0,03	0,05
Св. 1,00 » 1,60 »	0,06	0,09

Метод применяют при разногласиях в оценке качества кремния.

4.2 Атомно-абсорбционный метод

Сущность метода состоит в измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота-ацетилен.

Метод применяется при массовой доле алюминия от 0,30 % до 1,60 % в кремнии.

4.2.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для алюминия.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457.

Закись азота в баллонах медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

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

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

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия: 0,5000 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, небольшими порциями добавляют 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до полного растворения алюминия. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1,0 см^3 раствора содержит 0,001 г алюминия.

Раствор-фон: В зависимости от применяемого плавня 160 г смеси для сплавления или 100 г пиросернокислого калия в помещают стакан вместимостью 1000 см^3, смачивают водой и осторожно, небольшими порциями, приливают 700 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1.

После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

4.2.2 Проведение анализа

4.2.2.1 Навеску кремния массой 2 г помещают в платиновую чашку вместимостью 200 см^3, смачивают водой, добавляют 30 см^3 фтористоводородной кислоты, затем небольшими порциями 15 см^3 азотной кислоты.

По окончании бурной реакции стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1 и выпаривают до появления белых паров ангидрида серной кислоты. Затем осторожно обмывают стенки чашки водой из промывалки и выпаривают досуха.

К сухому остатку прибавляют 8 г смеси для сплавления и сплавляют в муфеле при температуре 950 °С. Плав растворяют в 15—30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1 при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Из приготовленного таким образом раствора определяют массовую долю алюминия, железа, кальция и титана, отбирая на каждое определение соответствующую аликвотную часть.

В полученных растворах проб, растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика измеряют значение атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота-ацетилен.

Массу алюминия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке.

4.2.2.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 250 см^3 приливают по 50 см^3 раствора-фона. Затем вводят 0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 см^3 стандартного раствора, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0.010; 0,020; 0,030 г алюминия. Растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют значение атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени закись азота-ацетилен.

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

4.2.3 Обработка результатов

4.2.3.1 Массовую долю алюминия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

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

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

m — масса навески пробы, г.

Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

5 Фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа

5.1 Фотометрический метод

5.1.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в образовании двухвалентным железом с О-фенантролином или α, α'-дипиридилом оранжево-красного комплексного соединения с интенсивностью окраски, пропорциональной массовой доли железа. Восстановление железа осуществляется с помощью гидрохлорида гидроксиламина.

Метод применяется при массовой доле железа от 0,30 % до 1,60 % в кремнии.

5.1.2 Аппаратура и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, 25 %-ный раствор.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, свежеприготовленный, 1 %-ный раствор.

Ортофенантролин, 0,25 %-ный раствор.

α, α› — дипиридил, 0,25 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 1:1.

Оксид железа (III) по нормативно-технической документации.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Стандартный раствор железа.

Раствор А готовят следующим образом:

1,0000 г железа растворяют в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. В конце растворения приливают 1—2 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, для окисления железа и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают, или 1,4298 г прокаленной при 600 °С и охлажденной в эксикаторе оксида железа растворяют в 100 см^3 соляной кислоты при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б готовят перед применением следующим образом:

25 см^3 раствора А переносят пипеткой н мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,05 мг железа.

5.1.3 Проведение анализа

5.1.3.1 Для проведения анализа используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.1.2.

Если исходный раствор мутный, часть его отфильтровывают через сухой фильтр «синяя лента» в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от содержания железа отбирают 2—10 см^3 раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Раствор разбавляют водой до 50 см^3, приливают 5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина. 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия и 10 см^3 раствора орто-фенантролина или α, α' — дипиридила. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит вода.

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

По значению оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу железа по градуировочному графику.

5.1.3.2 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мг железа, разбавляют водой приблизительно до 50 см^3 и далее проводят анализ, как указано в п. 5.1.3.1. Раствором сравнения служит раствор, в который железо не добавляли.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и известным массам железа строят градуировочный график.

5.1.4 Обработка результатов

5.1.4.1 Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (6)$$

где m — количество железа, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, см^3;

m_1 — навеска кремния, г.

5.1.4.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Допускаемые расхождения результатов параллельных определений

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %	
	предел повторяемости, r	предел воспроизводимости, R
От 0,30 до 0,80 включ.	0,03	0,05
Св. 0,80 » 1,60 »	0,06	0,10

Метод применяют при разногласиях в оценке качества кремния.

5.2 Атомно-абсорбционный метод

5.2.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени воздух-ацетилен.

Метод применяется при массовой доле железа от 0,30 % до 1,60 % в кремнии.

5.2.2 Аппаратура и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для железа.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

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

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

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Стандартный раствор железа: 0,5000 г железа помещают в стакан вместимостью 400 см^3, растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 509 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г железа.

Раствор-фон: 160 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, смачивают водой и осторожно, небольшими порциями, приливают 700 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1.

После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

5.2.3 Проведение анализа

5.2.3.1 Для проведения анализа используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.2.2.1.

В полученных растворах проб, растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика измеряют значение атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени воздух-ацетилен.

Массу железа в растворе пробы к в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

5.2.3.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 250 см^3 приливают по 50 см^3 раствора-фона. Затем вводят 0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 см^3 стандартного раствора, что соответствует 0; 0,002; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030 г железа. Растворы доливают до метки водой, перемешивают и измеряют значение атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени воздух-ацетилен.

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

5.2.4 Обработка результатов

5.2.4.1 Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100, \qquad (7)$$

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

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

m — навеска кремния, г.

5.2.4.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

6 Титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция

6.1 Титриметрический метод

6.1.1 Сущность метода

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

Метод применяется при массовой доле кальция от 0,30 % до 1,90 % в кремнии.

6.1.2 Реактивы и растворы

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, 20 %-ный раствор.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3. Поправочный коэффициент для раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 трилона указан в 4.1.1.

Индигокармин, 0,25 %-ный раствор в этиловом спирте с массовой долей 50 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Тимолфталеин.

Флуорексон.

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

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Триэтаноламин, раствор 1:9.

Кислота винная по ГОСТ 5817, 50 %-ный раствор.

Стандартный раствор азотнокислого цинка, с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят в соответствии с 4.1.1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Уротропин технический по ГОСТ 1381, 25 %-ный и 0,5 %-ный растворы.

6.1.3 Проведение анализа

Для проведения анализа используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.1.2.

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 раствор гидроокиси калия до изменения окраски 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 I или II и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из зеленой в фиолетовую с одновременным гашением флуоресценции.

Отделение гидроксидов железа, титана и алюминия допускается проводить следующим образом:

из мерной колбы вместимостью 250 см^3 отбирают 100 см^3 раствора в стакан вместимостью 100 см^3. 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 см^3 раствора уротропина с массовой долей 25 %, нагревают в течение 20 мин для коагуляции осадка и фильтруют в коническую колбу вместимостью 500 см^3 через фильтр «белая лента».

Осадок промывают 5—6 раз теплым раствором уротропина с массовой долей 0,6 %, смывая этим раствором стенки стакана. К фильтрату добавляют 3—4 капли раствора индигокармина и далее определение кальция проводят, как указано выше.

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

6.1.4 Обработка результатов

6.1.4.1 Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot 0{,}002004 \cdot V}{m \cdot V_1} \cdot 100, \qquad (8)$$

где v — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 израсходованное на титрование кальция, см^3;

K — поправочный коэффициент;

0,002004 — массовая концентрация раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3, выраженный в граммах кальция;

V — общий объем раствора, см^3;

m — масса навески кремния, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

6.1.4.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 — Допускаемые расхождения результатов параллельных определений

Массовая доля кальция, %	Допускаемое расхождение, %	
	предел повторяемости, r	предел воспроизводимости, R
От 0,30 до 1,00 включ.	0,05	0,06
Св. 1,00 » 1,60 »	0,07	0,12

Метод применяют при разногласиях в оценке качества кремния.

6.2 Атомно-абсорбционный метод

6.2.1 Сущность метода

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

Метод применяется при массовой доле кальция от 0,30 % до 1,90 % в кремнии.

6.2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для кальция.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457.

Закись азота в баллонах медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, 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 см^3, смачивают водой, добавляют 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 80—100 см^3 воды. После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г кальция.

Раствор-фон: 160 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, смачивают водой и осторожно, небольшими порциями, приливают 700 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1.

После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

6.2.3 Проведение анализа

6.2.3.1 Для проведения анализа используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.2.2.1 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.

6.2.3.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 250 см^3 приливают по 50 см^3 раствора-фона. Затем вводят 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см^3 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 значение атомной абсорбции кальция при длине волны 422,7 нм в пламени закись азота-ацетилен.

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

6.2.4 Обработка результатов

6.2.4.1 Массовую долю кальция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 10}{m}\cdot 100, \qquad (9)$$

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 — навеска навески пробы, г.

6.2.4.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7 Фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения титана

7.1 Фотометрический метод

7.1.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в образовании желтого комплекса титана с диантипирилметаном в сернокислой среде и измерении оптической плотности раствора при длине волны 385 нм.

Мешающее влияние трехвалентного железа устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой в присутствии катализатора — сернокислой меди.

Метод применяется при массовой доле от 0,10 % до 0,40 % в кремнии.

7.1.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Фильтр «синяя лента» по нормативно-технической документации изготовителя.

Диантипирилметан, 5 %-ный в растворе 1М соляной кислоты.

Аскорбиновая кислота, свежеприготовленная, 2 %-ный раствор.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, 5 %-ный раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1, 1:2, 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Титана двуокись.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартный раствор титана.

Раствор А готовят следующим образом: 0,1670 г прокаленной при 600—700 °С двуокиси титана сплавляют при 900—950 °С с двадцатикратным количеством пиросернокислого калия. Плав выщелачивают при нагревании 100 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Затем приливают 100 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1000 г металлического титана растворяют в 15 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:2, после растворения окисляют азотной кислотой, добавляемой по каплям. Раствор выпаривают до паров серного ангидрида, растворяют в воде, добавляют 100 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, содержащую 100 $см^3$ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг титана.

Раствор Б готовят перед применением следующим образом:

25 $см^3$ раствора А помешают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:19. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг титана.

7.1.3 Проведение анализа

7.1.3.1 Для проведения анализа используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.1.2.

Если исходный раствор получился мутным, часть его отфильтровывают через фильтр «синяя лента» в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от массовой доли гитана отбирают 5—10 $см^3$ фильтрата (если раствор прозрачный, отбирают аликвотную часть непосредственно из мерной колбы вместимостью 250 $см^3$) в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до 50 $см^3$, затем приливают при перемешивании 15 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, две капли раствора сернокислой меди и охлаждают до комнатной температуры. Через 3—4 мин приливают 10 $см^3$ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм. Раствором сравнения служит вода.

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

По значению оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу титана по градуировочному графику.

7.1.3.2 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ приливают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0 $см^3$ стандартною раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0.06; 0,08; 0,12 мг титана. Добавляют по 2 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до 50 $см^3$, затем во все колбы приливают по 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:2, и далее анализ проводят, в соответствии с 7.1.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся.

По полученным значениям оптических плотностей и известным массам титана в растворах строят градуировочный график.

7.1.4 Обработка результатов

7.1.4.1 Массовую долю оксида титана (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1 \cdot 1000}, \quad (10)$$

где m — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см^3;

m_1 — масса навески кремния, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

7.1.4.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 — Допускаемые расхождения результатов параллельных определений

Массовая доля титана, %	Допускаемое расхождение, %	
	предел повторяемости, r	предел воспроизводимости, R
От 0,10 до 0,40 включ.	0,02	0,03

Метод используют при разногласиях в оценке качества кремния.

7.2 Атомно-абсорбционный метод

7.2.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в измерении атомной абсорбции титана при длине волны 365,4 нм в пламени закись азота-ацетилен.

Метод применяется при массовой доле от 0,10 % до 0,40 % в кремнии.

7.2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для титана.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457.

Закись азота в баллонах медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3116, раствор 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

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

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

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартный раствор титана: 0,5000 г титана помещают в стакан вместимостью 400 см^3, небольшими порциями добавляют 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до полного растворения титана. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 содержащую 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г титана.

Раствор-фон: 160 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, смачивают водой и осторожно, небольшими порциями, приливают 700 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1.

После растворения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

7.2.3 Проведение анализа

7.2.3.1 Для проведения анализа используют раствор, приготовленный в соответствии с 4.2.2.1.

В полученных растворах проб, растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика измеряют значение атомной абсорбции титана при длине волны 365,4 нм в пламени закись азота-ацетилен.

Массу титана 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.

7.2.3.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 250 см^3 приливают по 50 см^3 раствора-фона. Затем вводят 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см стандартного раствора, что соответствует 0; 0.002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010 г титана. Растворы доливают водой до метки, перемешивают и измеряют значение атомной абсорбции титана при длине волны 365,4 нм в пламени закись азота-ацетилен.

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

7.2.4 Обработка результатов

7.2.4.1 Массовую долю титана (X_1), в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100, \qquad (11)$$

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

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

m — масса навески пробы, г.

7.2.4.2 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

8 Метод рентгенфлуоресцентного анализа массовых долей железа, алюминия, кальция, фосфора, марганца, титана, хрома, меди, никеля, ванадия

8.1 Сущность метода

Метод основан на зависимости интенсивности аналитических линий характеристического рентгеновского спектра от массовых долей определяемых компонентов в пробе. Возбуждаемое первичным рентгеновским излучением характеристическое излучение элементов в пробе разлагается в спектр с последующим измерением аналитических сигналов и определением массовых долей компонентов с помощью градуировочных характеристик.

Диапазоны измерений массовых долей определяемых компонентов приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Диапазоны измерений массовых долей компонентов

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений, массовая доля, %
Железо	От 0,20 до 9,99 включ.
Алюминий	От 0,05 до 0,71 включ.
Кальций	От 0,0054 до 2,27 включ.
Фосфор	От 0,0020 до 0,0043 включ.
Титан	От 0,033 до 0,10 включ.

8.2 Средства измерений и вспомогательные устройства

Рентгенофлуоресцентный спектрометр.
Пресс гидравлический с максимальным давлением 10 т.
Аргон-метановая смесь (объемные доли — 90 % аргона, 10 % метана).
Борная кислота марки Б по ГОСТ 18704.
Пресс гидравлический на минимальное давление 5 т.
Борная кислота по ГОСТ 18704.
Сито лабораторное с сеткой № 0125.

Стандартные образцы состава кремния с аттестованными значениями массовых долей определяемых компонентов.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов и вспомогательного оборудования, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

8.2.1 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений, руководствоваться технической документацией по эксплуатации спектрометра рентгеновского.

8.2.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят в соответствии с 3.2.

8.2.3 Подготовка спектрометра к работе

Исследуемый образец подготавливают аналогично стандартному образцу, помещают в специальную кассету и устанавливают в кассетообменник на рентгеновском спектрометре. Для градуировки используют стандартные образцы состава кремния, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315. Содержание определяемого компонента в образцах для градуировки должно охватывать весь диапазон измерений. Количество градуировочных образцов должно быть не менее трех (в т. ч. аттестованные значения массовой доли компонента должны соответствовать нижней границе диапазона измерений, середине диапазона и верхней границе диапазона). Готовят по одной таблетке каждого образца для градуировки.

Стандартный образец пропускают через сито с сеткой № 0125 и запрессовывают в таблетку на подложке из борной кислоты на прессе при давлении не менее 5 т.

8.2.4 Установление градуировочной характеристики

Установление градуировочной характеристики осуществляют в соответствии с нормативно-технической документацией по эксплуатации прибора.

Градуировочную характеристику устанавливают с использованием образцов для градуировки. Для этого измеряют и регистрируют интенсивность аналитических линий образцов градуировки.

С помощью программного обеспечения к прибору для каждого компонента строят градуировочный график, выражающий зависимость интенсивности аналитических линий характеристического рентгеновского спектра от массовой доли компонента в процентах. Градуировочный график должен быть линейным.

8.3 Порядок выполнения измерений

Пробу, подготовленную согласно 3.2, помещают в специальную кассету и устанавливают в кассетообменник на рентгеновском спектрометре.

Для измерения массовой доли компонентов используют линии вторичного рентгеновского спектра 1 и 2 порядка Fe Ka, Al Ka, Ca Ka, P Ka, Ti Ka. Измеряют интенсивность вторичного рентгеновского излучения, возбуждаемого первичным излучением рентгеновской трубки и испускаемого атомами компонентов на соответствующих каждому компоненту длинах волн. Программный комплекс в режиме «анализ» вычисляет содержание определяемых компонентов в анализируемых образцах. Массовые доли определяемых компонентов рассчитываются автоматически. Результаты выводятся на экран компьютера.

8.4 Обработка результатов измерений

8.4.1 Результат единичного анализа — массовую долю определяемого компонента (X, %) находят по градуировочной зависимости с помощью программного обеспечения спектрометра.

8.4.2 За результат измерений массовой доли определяемого компонента в пробе ($\bar{X}$, %) принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений X_1 и X_2, полученных в условиях повторяемости

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (12)$$

для которых выполняется следующее условие

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (13)$$

где $r_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений, %, приведенных в таблице 7.

8.4.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массовой доли определяемого компонента в пробе кремния, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности

$$|X_1 - X_2| \le R_{Л,отн} \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \quad (14)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений массовой доли определяемого компонента в пробе, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, %;

$R_{Л,отн}$ — относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности для двух результатов измерений, %, приведенных в таблице 7.

Таблица 7 — Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, массовая доля	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений), $r_{отн}$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), $R_{Л,отн}$
Железо		
От 0,20 до 9,99 включ.	4	8
Алюминий		
От 0,05 до 0,30 включ.	64	66
Св. 0,30 до 0,71 включ.	6	8
Кальций		
От 0,0054 до 0,01 включ.	25	28
Св. 0,01 до 0,20 включ.	8	11
Св. 0,20 до 2,27 включ.	4	6
Титан		
От 0,033 до 0,10 включ.	11	14
Фосфор		
От 0,0020 до 0,0043 включ.	28	30

9 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой определения содержания железа, алюминия, кальция, титана, фосфора, марганца, хрома, ванадия, меди, циркония

9.1 Сущность метода

Измерения массовых долей железа, алюминия, кальция, титана, фосфора, марганца, хрома, ванадия, меди, циркония выполняют методом оптической атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Метод основан на разложении пробы, возбуждении атомов жидкой пробы в аргоновой плазме, разложении в оптической системе излучения в спектр и последующем измерении интенсивности линий определяемых элементов (таблица 8).

Таблица 8 — Длина волны определяемых элементов

Определяемый элемент	Длина волны, нм
Железо	259,933
Алюминий	308,215
Кальций	396,847
Титан	336,121
Фосфор	178,221
Марганец	259,372
Хром	205,560
Ванадий	292,464
Медь	324,752
Цирконий	343,823

Диапазоны измерений массовых долей определяемых компонентов приведены в таблице 9.

Таблица 9 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых компонентов

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли, %		
Железо	От 0,15	до	1,2 включ.
Кальций	От 0,005	до	1,0 включ.
Алюминий	От 0,01	до	1,0 включ.
Титан	От 0,02	до	0,06 включ.
Фосфор	От 0,001	до	0,005 включ.
Марганец	От 0,002	до	0,02 включ.
Хром	От 0,0009	до	0,003 включ.
Ванадий	От 0,003	до	0,02 включ.
Медь	От 0,001	до	0,003 включ.
Цирконий	От 0,002	до	0,03 включ.

9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Допускается применение других средств измерений, оборудования и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

Оптический атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой. При использовании ускоренного способа разложения кремния по 9.6.1, спектрометр должен быть снабжен системой распыления и подачи пробы в плазму, устойчивой к воздействию фтористоводородной кислоты.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

Колбы мерные полипропиленовые вместимостью 50 $см^3$, допускаемая погрешность от номинальной вместимости соответствующая 2-у классу точности по ГОСТ 1770.

Чашки стеклоуглеродные из марки СУ-2000, вместимостью не менее 50 $см^3$.

Микроволновая система для пробоподготовки.

Прибор для очистки концентрированных кислот.

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

Кислота азотная концентрированная, ос.ч. по ГОСТ 11125.

Кислота фтористоводородная концентрированная, х.ч. по ГОСТ 10484.

Кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартные образцы состава растворов ионов железа, алюминия, кальция, титана, фосфора, марганца, хрома, ванадия, меди, циркония с аттестованными значениями массовой концентрации компонентов 1 мг/см^3, погрешностью аттестованного значения не более 1 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Допускается приготовление стандартного раствора алюминия с концентрацией 1 мг/см^3 из алюминия марки А995 по ГОСТ 11069.

Стандартный раствор алюминия: 0,5000 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, небольшими порциями добавляют 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до полного растворения алюминия. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора железа с концентрацией 1 мг/см^3 из железа карбонильного по ГОСТ 13610.

Стандартный раствор железа: 0,5000 г железа помещают в стакан вместимостью 400 см^3, растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора кальция с концентрацией 1 мг/см^3 из кальция углекислого по ГОСТ 4530.

Стандартный раствор кальция: 1,2500 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 105 °С и охлажденного в эксикаторе, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, смачивают водой, добавляют 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 80—100 см^3 воды. После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается приготовление стандартного раствора титана с концентрацией 1 мг/см^3 из титана металлического по ГОСТ 19807.

Стандартный раствор титана: 0,5000 г титана помещают в стакан вместимостью 400 см^3, небольшими порциями добавляют 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до полного растворения титана. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 содержащую 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартные образцы состава кремния с аттестованными значениями массовых долей определяемых компонентов в регламентированных диапазонах измерений, с погрешностью аттестованных значений массовых долей определяемых компонентов, не превышающей ±1/3 значений показателей точности.

9.3 Стандартные растворы

В качестве основных градуировочных растворов с массовой концентрацией 1 мг/см^3 используются стандартные образцы состава растворов ионов железа, кальция, алюминия, титана, фосфора, марганца, хрома, ванадия, меди, циркония.

9.3.1 Приготовление градуировочного раствора (Fe-100) содержащего железо с массовой концентрацией 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора стандартного образца ионов железа с массовой концентрацией 1 мг/см^3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора (Ti-100) с массовой концентрацией титана 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 раствора стандартного образца ионов титана с массовой концентрацией 1 мг/см^3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.3 Приготовление рабочего градуировочного раствора (Ca-10) с массовой концентрацией кальция 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 раствора стандартного образца ионов кальция с массовой концентрацией 1 мг/см^3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.4 Приготовление рабочего градуировочного раствора (Ca-1) с массовой концентрацией кальция 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ионов кальция Ca-10, приготовленного по 9.3.3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.5 Приготовление рабочего градуировочного раствора (Al, Ti-10) с массовой концентрацией алюминия и титана 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 1 см^3 растворов стандартного образца ионов титана и алюминия с массовой концентрацией 1 мг/см^3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.6 Приготовление рабочего градуировочного раствора (P, Mn, Cr-100) с массовой концентрацией фосфора, марганца, хрома 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают по 5 см^3 растворов стандартного образца ионов фосфора, марганца, хрома с массовой концентрацией 1 мг/см^3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.7 Приготовление рабочего градуировочного раствора (P, Mn, Cr-10) с массовой концентрацией фосфора, марганца, хрома 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора P, Mn, Cr-100, приготовленного по 9.3.6, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.8 Приготовление рабочего градуировочного раствора (P, Mn, Cr -1) с массовой концентрацией фосфора, марганца, хрома 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора P, Mn, Cr-10, приготовленного по 9.3.7, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.9 Приготовление рабочего градуировочного раствора (V, Cu, Zr-100) с массовой концентрацией ванадия, меди, циркония 100 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают по 5 см^3 растворов стандартного образца ионов ванадия, меди, циркония с массовой концентрацией 1 мг/см^3, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.10 Приготовление рабочего градуировочного раствора (V, Cu, Zr-10) с массовой концентрацией 10 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора V, Cu, Zr-100, приготовленного по 9.3.9, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

9.3.11 Приготовление рабочего градуировочного раствора (V, Cu, Zr-1) с массовой концентрацией ванадия, меди, циркония 1 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора V, Cu, Zr-10, приготовленного по 9.3.10, доводят до метки колбы дистиллированной водой, перемешивают.

Все приготовленные растворы переливают в полиэтиленовые емкости. Растворы с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 хранят не более 3 мес, массовой концентрацией 10 и 1 мкг/см^3 хранят не более 7 дн.

9.3.12 Приготовление градуировочного раствора № 1 (фонового раствора — «blank»)

Этот раствор используют при построении градуировочных графиков, как градуировочный раствор с концентрацией определяемого элемента, равной нулю, а также для разбавления подготовленных растворов проб.

В мерную колбу, вместимостью 1000 см^3 помещают 200 см^3 дистиллированной воды, приливают 25 см^3 азотной кислоты ос.ч., доводят до метки колбы дистилированной водой, перемешивают.

Раствор годен к применению в течение 1 мес.

9.3.13 Приготовление градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией железа 6 мкг/см^3, алюминия и титана 0,6 мкг/см^3; кальция 0,2 мкг/см^3; фосфора, марганца, хрома 0,02 мкг/см^3; ванадия, меди, циркония 0,02 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают по 3 см^3 растворов Fe-100; Al, Ti-10; 1 см^3 Ca-10; V, Cu, Zr-1 и P, Mn, Cr-1 доводят до метки фоновым раствором — «blank», приготовленным согласно 9.3.12, перемешивают.

9.3.14 Приготовление градуировочного раствора № 3 с массовой концентрацией железа 60 мкг/см^3, алюминия и кальция 40 мкг/см^3; титана 4 мкг/см^3; фосфора, марганца, хрома 0,6 мкг/см^3; ванадия, меди, циркония 1,2 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают по 3 см^3 раствора стандартного образца ионов железа с массовой концентрацией 1 мг/см^3; по 2 см^3 растворов стандартного образца ионов алюминия и кальция с массовой концентрацией 1 мг/см^3; 2 см^3 растворов Ti-100; 6 см^3 раствора V, Cu, Zr-10 и 3 см^3 раствора P, Mn, Cr-10 доводят до метки фоновым раствором — «blank», приготовленным согласно 9.3.12, перемешивают.

9.3.15 Приготовление градуировочного раствора № 4 с массовой концентрацией железа 100 мкг/см^3, алюминия и кальция 60 мкг/см^3; титана 20 мкг/см^3; фосфора, марганца, хрома 2 мкг/см^3; ванадия, меди, циркония 4 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 стандартного образца ионов железа с массовой концентрацией 1 мг/см^3; по 3 см^3 стандартного образца ионов алюминия и кальция с массовой концентрацией 1 мг/см^3; 1 см^3 стандартных растворов ионов титана с массовой концентрацией 1 мг/см^3; 2 см^3 раствора V, Cu, Zr-100 и 1 см^3 раствора P, Mn, Cr-100 доводят до метки фоновым раствором — «blank», приготовленным согласно 9.3.12, перемешивают.

Готовые градуировочные растворы хранят в полиэтиленовых емкостях не более 1 мес.

9.4 Подготовка атомно-эмиссионного спектрометра к работе

Подготовку атомно-эмиссионного спектрометра к работе проводят в соответствии с нормативно-технической документацией по эксплуатации.

9.5 Построение градуировочных графиков

Градуировку спектрометра выполняют каждый раз перед выполнением измерений серии проб с помощью градуировочных растворов № 1—№ 4, приготовленных в соответствии с 9.3.12—9.3.15.

Построение градуировочных графиков, обработка и хранение результатов градуировки проводится с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект прибора. При построении градуировочных графиков для определяемых компонентов проводят измерения трех аналитических сигналов для каждого компонента и градуировочного раствора. Градуировочные растворы измеряют в порядке возрастания массовых концентраций определяемых компонентов. Значения аналитических сигналов (для каждого компонента и каждого раствора) усредняются при помощи программного обеспечения спектрометра автоматически.

Градуировочную характеристику для каждого определяемого компонента аппроксимируют уравнением вида

$$C_j = a + b \cdot I, \qquad (15)$$

где C_j — массовая концентрация j-го определяемого компонента в растворе, мкг/см^3;

a, b — коэффициенты регрессии для j-го определяемого компонента, рассчитанные методом наименьших квадратов;

I — интенсивность спектральной линии j-го определяемого компонента.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости интенсивности излучения определяемого компонента от массовой концентрации определяемого компонента в растворе (C, мкг/см^3).

Градуировочный график должен быть линейным.

Построение градуировочных графиков, обработка и хранение результатов градуировки проводится с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект прибора.

9.6 Подготовка проб

9.6.1 Первый способ (ускоренный) — разложение в микроволновой печи без отгонки тетрафторида кремния.

Из пробы, подготовленной согласно 3.2 отбирают навеску массой 0,3000 г. Навеску помещают в специальную пластиковую емкость (входит в комплект микроволновой печи и опускают в автоклав микроволновой печи). Приливают 3 см^3 фтористоводородной кислоты, отмеряя пластмассовым шпри-

цом или пипеткой. Затем небольшими порциями (по каплям, дожидаясь окончания бурной реакции) приливают 3 см^3 очищенной в приборе для очистки концентрированных кислот азотной кислоты.

Подготавливают автоклав к установке в микроволновую систему и микроволновую печь к работе согласно инструкции по эксплуатации и обслуживанию микроволновой печи.

Выдерживают автоклавы в микроволновой печи 15 мин при температуре T = 270 °С. Остужают до комнатной температуры и количественно переводят раствор из автоклава в мерную колбу из полипропилена, вместимостью 50 см^3. Доводят до метки дистиллированной водой, закручивают крышку и перемешивают.

Одновременно с подготовкой пробы готовят раствор контрольного опыта с использованием тех же реактивов, что и для разложения проб кремния, но без навески кремния.

9.6.2 Второй способ — навеску кремния массой 1 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку вместимостью 200 см^3, смачивают водой, добавляют 15 см^3 фтористоводородной кислоты, затем небольшими порциями добавляют 8 см^3 азотной кислоты.

Осторожным вращением перемешивают содержимое чашки. По окончании бурной реакции стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают на бане до появления белых паров ангидрида серной кислоты. Затем охлаждают, осторожно обмывают стенки чашки водой из промывалки и выпаривают на бане досуха.

К сухому остатку добавляют 8 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают для полного растворения остатка, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Одновременно с подготовкой пробы готовят раствор контрольного опыта с использованием тех же реактивов, что и для разложения проб кремния, но без навески кремния.

9.6.3 При разногласиях следует использовать способ, указанный в 9.6.2.

9.7 Выполнение измерений

Измерения начинают не менее чем через 30 мин после поджига плазмы и стабилизации условий измерения, в соответствии с нормативно-технической документацией по эксплуатации. Подготовленные в соответствии с 9.6 растворы проб (начиная с раствора контрольного опыта), при помощи перистальтического насоса подают в распылительную камеру спектрометра. Образовавшийся аэрозоль потоком аргона подается в плазму, где происходит возбуждение атомов определяемых компонентов с испусканием ими энергии в виде фотонов на характерной для них длине волны. При определении массовых долей определяемого компонента в пробах кремния, выполняют два параллельных определения. Результатом одного параллельного определения считают значение массовой доли определяемого компонента, полученное при разложении одной навески пробы.

9.8 Обработка результатов измерений

Массовую долю j-го определяемого компонента (X_j, %) в пробе рассчитывают с помощью программного обеспечения прибора

$$X_j = \frac{(C_j - C_{j0}) \cdot V_k \cdot 100}{m_{нав.} \cdot 10^6}, \quad (16)$$

где C_j — массовая концентрация j-го определяемого компонента в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

C_{j0} — массовая концентрация j-го определяемого компонента в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

V_k — объем раствора пробы (вместимость мерной колбы), см^3;

$m_{нав.}$ — масса навески пробы, г.

9.8.1 За результат измерений массовой доли j-го определяемого элемента ($\overline{X}_j$, %) в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений X_{j1}, X_{j2} полученных в условиях повторяемости

$$\overline{X}_j = \frac{X_{j1} + X_{j2}}{2}, \quad (17)$$

для которых выполняется следующее условие

$$|X_{j1} + X_{j2}| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot \overline{X}_j, \quad (18)$$

где $r_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений, % (таблица 10).

9.8.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массовой доли определяемого компонента в пробе кремния, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности

$$|X_1 - X_2| \le R_{Л,отн} \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \quad (19)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений массовой доли определяемого компонента в пробе, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, %;

$R_{Л,отн}$ — относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности для двух результатов измерений, %, приведенных в таблице 10.

Таблица 10 — Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, массовая доля	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений), $r_{отн}$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), $R_{Л,отн}$	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95, ±δл
Железо			
От 0,15 до 1,20 включ.	6	8	8
Алюминий			
От 0,01 до 0,10 включ.	8	22	17
Св. 0,1 до 1,0 включ.	6	11	9
Кальций			
От 0,005 до 0,100 включ.	19	30	26
Св. 0,1 до 1,0 включ.	14	17	13
Титан			
От 0,02 до 0,06 включ.	11	14	15
Фосфор			
От 0,001 до 0,005 включ.	11	17	17
Марганец			
От 0,002 до 0,020 включ.	11	14	11
Хром			
От 0,0009 до 0,0030 включ.	19	22	27
Ванадий			
От 0,003 до 0,020 включ.	11	14	13
Медь			
От 0,001 до 0,003 включ.	11	17	17
Цирконий			
От 0,002 до 0,030 включ.	14	17	26

УДК 669.782:546.41.06:006.354 МКС 73.060.99

Ключевые слова: кремний технический, методы определения, титриметрический метод, атомно-абсорбционный метод, спектрометр

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 21.01.2025. Подписано в печать 07.02.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru