УДК 669.782 : 546.72.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения железа

Crystal silicon.
Method of iron determination

ГОСТ 19014.2—73*

Взамен
ГОСТ 2178—54
в части разд. IV

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 фотоколориметрический метод определения железа (при массовой доле железа от 0,3 до 1,6%) в кристаллическом кремнии.

Метод основан на образовании двухвалентным железом с о-фенантролином оранжево-красного комплексного соединения с интенсивностью окраски, пропорциональной массовой доли железа. Восстановление железа осуществляется с помощью солянокислого гидроксиламина.

В стандарте учтены требования рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3082—71.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78—раствор с массовой долей 25%; готовят следующим образом: 250 г кристаллической соли растворяют в воде, фильтруют и разбавляют водой до 1000 см³.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:10.

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

Ортофенантролин, раствор с массовой долей 25%; готовят следующим образом: 0,25 г реактива растворяют при слабом нагревании в 100 см³ воды.

Квасцы железоаммонийные (железо-III-аммоний сернокислый) по ГОСТ 4205—77, х. ч.

Стандартный раствор железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 8,635 г свежеперекристаллизованных железоаммонийных квасцов помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде. К раствору прибавляют 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:10, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают, 1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б; готовят перед применением следующим образом: 25 см³ раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:10, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Если исходный раствор мутный, часть его отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от содержания железа отбирают 2—10 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор разбавляют водой до 50 см³, приливают 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см³ раствора уксуснокислого натрия и 10 см³ раствора орто-фенантролина. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора (область светопропускания 510 нм). Раствором сравнения служит вода.

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

Массовую долю железа находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика.

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б, разбавляют водой приблизительно до 50 см³ и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит вода.

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

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$X = \frac{mV \cdot 100}{m_1 V_1 \cdot 1000},$$

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.

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

Массовая доля алюминия, %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа, абс. %
От 0,3 до 0,8	0,03
Свыше 0,8 до 1,6	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 3 ГОСТ 19014.2—73 Кремний кристаллический. Метод определения железа

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 фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа (при массовой доле железа от 0,3 до 1,6 %) в кристаллическом кремнии».

Стандарт дополнить разделом — 1*а*:

«1а. Фотометрический метод

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».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типа СФ-26, СФ-16 или аналогичные»;

третий абзац. Заменить слово и значение: «солянокислый» на «гидрохлорид», 10 % на 1 %;

четвертый абзац исключить;

пятый абзац. Заменить значение: 25 % на 0,25 %;

дополнить абзацами (после пятого): «α, α′-дипиридил, раствор с массовой долей 0,25 %; готовят следующим образом: 0,25 г реактива растворяют при слабом нагревании в 100 см³ воды.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Оксид железа (III) по нормативно-технической документации»;

шестой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,0000 г железа растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. В конце растворения приливают 1—2 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, для окисления железа и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают, или 1,4298 г прокаленной при 600 °С и охлажденной в эксикаторе оксида железа растворяют в 100 см³ соляной кислоты при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа»;

девятый абзац. Заменить слова: «серной кислоты, разбавленной 1:10» на «соляной кислоты, разбавленной 1:1».

Пункт 3.1. Заменить слова: «средней плотности» на «синяя лента»; «солянокислого» на «гидрохлорида»; «(область светопропускания 510 нм)» на «на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 510 нм»; после слова «ортофенантролина» дополнить словами: «или α, α′-дипиридила»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «По значению оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу железа по градуировочному графику».

Пункт 3.2. Первый абзац после слова «раствора Б» дополнить словами: «что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мг железа»; заменить слова: «вода» на «раствор, в который железо не добавляли»;

второй абзац. Заменить слова: «массовым долям» на «массам».

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

Пункт 4.1. Экспликация. Заменить слова: «количество» на «масса», «найденное» на «найденная», «объем исходного» на «общий объем», «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 железа, %	Допускаемые расхождения сходимости, %	Допускаемые расхождения воспроизводимости, %
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 кристаллического».

Стандарт дополнить разделами — 5—8:

«5. Атомно-абсорбционный метод

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

6. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Лампа с полым катодом для железа.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

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

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).

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Стандартный раствор железа: 0,5000 г железа помещают в стакан вместимостью 400 см³, растворяют в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г железа.

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.

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 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 растворафона. Затем вводят 0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 см³ 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 абсорбцию растворов, как указано в п. 7.1.

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

8. Обработка результатов

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

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

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 — 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