

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 1,00 %) в кристаллическом кремнии».

Стандарт дополнить разделом — 1а:

«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	0,08
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.)