

Изменение № 3 ГОСТ 19014.4—73 Кремний кристаллический. Метод определения титана

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 титана (при массовой доле от 0,10 до 0,40 %) в кристаллическом кремнии».

Стандарт дополнить разделом — 1а:

«1а. Фотометрический метод

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.

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

второй абзац. Заменить значение: «1 н. растворе» на «раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм³»;

третий абзац. Исключить слова: «(витамин С)»;

дополнить абзацем (после восьмого): «Титан металлический по ГОСТ 19807—74»;

десятый абзац. Заменить значение: 10 на 100; после слова «перемешивают» дополнить словами: «или 0,1000 г металлического титана растворяют в 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, после растворения окисляют азотной кислотой, добавляемой по каплям. Раствор выпаривают до паров серного ангидрида, растворяют в воде, добавляют 100 см³ раствора серной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 100 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают»;

одиннадцатый, двенадцатый, четырнадцатый абзацы исключить;

дополнить словами (после тринадцатого): «1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг титана».

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слова: «средней плотности» на «синяя лента»;

третий абзац. Заменить слова: «(область светопропусканий 400 нм)» на «или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм»;

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

Пункт 3.2. Второй абзац после слов «раствора Б» дополнить словами: «что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,12 мг титана»;

дополнить абзацем (после второго): «Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся»;

третий абзац. Заменить слова: «содержаниям» на «массам».

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

Пункт 4.1. Экспликация. Заменить слова: «количество» на «масса», «найденное» на «найденная», «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 титана, %	Допускаемые расхождения сходимости, %	Допускаемые расхождения воспроизводимости, %
От 0,10 до 0,40 включ.	0,02	0,03

Метод используют при разногласиях в оценке качества кремния кристаллического».

Стандарт дополнить разделами — 5—8:

«5. Атомно-абсорбционный метод

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

6. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со всеми принадлежностями типа «Перкин Элмер», «Сатурн» или аналогичный.

Лампа с полым катодом для титана.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Закись азота в баллонах медицинская.

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).

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Стандартный раствор титана: 0,5000 г титана помещают в стакан вместимостью 400 см³, небольшими порциями добавляют 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до полного растворения титана. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г титана.

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 прекращения выделения углекислого газа, 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 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. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 250 см³ приливают по 50 см³ 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 абсорбцию растворов, как указано в п. 7.1.

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

8. Обработка результатов

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

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

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.

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

(ИУС № 11 1989 г.)