

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

Стандарт дополнить разделом — 1а:

«1а. Фотометрический метод

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

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 сходности, %	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 раствора-фона. 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.)