

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 гидроксилamina.

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.

Гидроксилamin 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)

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 серноокислый) 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 сернистой кислоты, 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, см³;

V_1 — аликвотная часть раствора, см³;

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).