

КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ**Метод определения алюминия**Crystal silicon,
Method of aluminium determination**ГОСТ
19014.1—73***Взамен
ГОСТ 2178—54
в части разд. III

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23 июля 1973 г. № 1804 срок введения установленс 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 объемный метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 0,3 до 1,6%) в кристаллическом кремнии.

Метод основан на удалении кремния в виде фторида и отделении мешающих компонентов. Алюминий определяют комплексонометрическим методом, титруя избыток трилона Б раствором азотнокислого цинка с индикатором ксиленоловым оранжевым при pH 5,5.

В стандарте учтены требования рекомендации СЭВ по стандартизации РС 3085—71.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

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

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)

Натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 20%.

Калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.

Стандартный раствор азотнокислого цинка, 0,05 М раствор; готовят следующим образом: 3,269 г цинка растворяют при нагревании в смеси 100 см³ воды и 15 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают до 5—10 см³ и разбавляют водой до 1000 см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ацетатный буферный раствор; готовят следующим образом: 250 г кристаллического уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в воде, добавляют 20 см³ уксусной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

Раствор годен в течение 10 дней.

Трилон Б (комплексон III, двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде; фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения поправочного коэффициента 0,05 М раствора трилона Б отбирают из бюретки 20 см³ раствора трилона Б в коническую колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют водой до 200 см³. Прибавляют 5—6 капель ксиленолового оранжевого и по каплям аммиак до появления синей окраски, которую устраняют добавлением по каплям соляной кислоты, разбавленной 1:1, до появления желтой окраски. Затем в колбу приливают 20 см³ ацетатного буферного раствора и титруют раствором азотнокислого цинка до изменения окраски из желтой в розовую.

Поправочный коэффициент для 0,05 М раствора трилона Б (К) вычисляют по формуле

$$K = \frac{v}{v_1},$$

где v — количество 0,05 М раствора азотнокислого цинка, см³;

v_1 — количество раствора трилона Б, см³.

Если для контрольного опыта берут столько же раствора трилона Б, сколько для пробы, то поправочный коэффициент для раствора трилона Б можно не определять.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кремния 2 г помещают в платиновую чашку вместимостью 200 см³, смачивают водой, добавляют 30 см³ фтористо-

водородной кислоты, затем небольшими порциями 15 см³ азотной кислоты.

Осторожным вращением перемешивают содержимое чашки. По окончании бурной реакции стенки чашки ополаскивают водой, добавляют 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают на бане до появления белых паров ангидрида серной кислоты. Затем охлаждают, осторожно обмывают стенки чашки водой из промывалки и выпаривают на бане досуха.

К сухому остатку прибавляют 5 г пиросернокислого калия и сплавляют в муфеле при температуре около 800°C. Плав растворяют при нагревании, добавляя 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 40—50 см³ воды, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Из приготовленного таким образом раствора определяют содержание алюминия, железа, кальция и титана, отбирая на каждое определение соответствующую аликвотную часть.

Из мерной колбы вместимостью 250 см³ отбирают 100 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора трилона Б, нагревают почти до кипения, прибавляют при перемешивании 50 см³ раствора гидроокиси натрия, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр «синяя лента». Фильтрат собирают в сухую коническую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Отбирают 100—200 см³ раствора, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 3—4 капли ксиленолового оранжевого и нейтрализуют раствор соляной кислотой, разбавленной 1:1, до перехода окраски индикатора в желтый цвет. После нейтрализации к раствору прибавляют 20 см³ ацетатного буферного раствора, кипятят 2—3 мин, охлаждают, вновь прибавляют 3—4 капли ксиленолового оранжевого и оттитровывают избыток трилона Б раствором азотнокислого цинка до изменения окраски раствора из желтой в розовую.

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

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$X = \frac{(vK - v_1) \cdot 0,00135 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где v — количество приблизительно 0,05 М раствора трилона Б, содержащееся в аликвотной части, взятой для титрования, см³;

- K — поправочный коэффициент для 0,05 М раствора трилона Б;
 v_1 — количество 0,05 М раствора азотнокислого цинка, израсходованное на титрование избытка трилона Б, см³;
 V — общий объем раствора, см³;
 V_1 — аликвотная часть раствора, см³;
 m — навеска кремния, г.

Если для контрольного опыта прибавляют столько же раствора трилона Б, сколько для пробы, то массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(v - v_1) \cdot 0,00135 \cdot V \cdot 100}{V_1 m},$$

где v — количество 0,05 М раствора азотнокислого цинка, израсходованное на титрование избытка трилона Б в контрольном опыте, см³;

- v_1 — количество 0,05 М раствора азотнокислого цинка, израсходованное на титрование избытка трилона Б в пробе, см³;
 V — общий объем раствора, см³;
 V_1 — аликвотная часть раствора, см³;
 m — навеска кремния, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 1,0	0,03
Свыше 1,0 до 1,6	0,06

(Измененная редакция, Изм № 1).