

КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения титана

Crystal silicon,
Method of titanium determinationГОСТ
19014.4-73*Взамен
ГОСТ 2178-54
в части разд. VI

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 титана (при массовой доле титана от 0,1 до 0,4%) в кристаллическом кремнии.

Метод основан на образовании желтого комплекса титана с диантипирилметаном в кислой среде, интенсивность окраски которого подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера.

Мешающее влияние трехвалентного железа устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой в присутствии катализатора — сернистой меди.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоколориметр или спектрофотометр.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5% в 1 н. растворе соляной кислоты.

Аскорбиновая кислота (витамин С), свежеприготовленный раствор с массовой долей 2%.

Медь сернистая по ГОСТ 4165-78, раствор с массовой долей 5%.

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)

Калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:2 и 1:19.

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

Титана двуокись.

Стандартный раствор титана.

Раствор А: готовят следующим образом: 0,1670 г прокаленной при 600—700°C двуокиси титана сплавляют при 900—950°C с двадцатикратным количеством пиросерноокислого калия. Плав выщелачивают при нагревании 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Затем приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг титана.

Если раствор получился мутный, его фильтруют и определяют массовую долю титана в фильтрате весовым методом.

Для этого отбирают 100—200 см³ фильтрата в стакан вместимостью 300 см³, нагревают и осаждают титан, добавляя аммиак до появления запаха. Затем раствор нагревают до коагуляции осадка, фильтруют и промывают водой с аммиаком 9—10 раз. Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный фарфоровый или кварцевый тигель, озольют, прокалывают и взвешивают осадок двуокиси титана.

Раствор Б: готовят перед применением следующим образом: 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:19.

В том случае, если раствор А прозрачный и содержит 0,1 мг титана в 1 см³, в 1 см³ раствора Б содержится 0,01 мг титана. Если же в растворе А массовая доля титана определялась весовым методом, то массовая доля титана в растворе Б определяется в соответствии с результатом весового метода и будет несколько ниже, чем 0,01 мг/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для проведения анализа используют раствор, приготовленный, как указано в п. 3.1 ГОСТ 19014.1—73.

Если исходный раствор получился мутным, часть его отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

В зависимости от массовой доли титана отбирают 5—10 см³ фильтрата (если раствор прозрачный, отбирают аликвотную часть непосредственно из мерной колбы вместимостью 250 см³) в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50 см³, затем приливают при перемешивании 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, две капли раствора сернистой меди и охлаждают до комнатной температуры. Через

3—4 мин приливают 10 см³ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре (область светопропускания 400 нм). Раствором сравнения служит вода.

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

Массовую долю титана находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика.

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0 см³ стандартного раствора Б. Добавляют по 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до 50 см³, затем во все колбы приливают по 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей и известным содержаниям титана в растворах строят градуировочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$X = \frac{mV \cdot 100}{m_1 V_1 \cdot 1000},$$

где m — количество титана, 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 0,02 абс. % при массовой доле титана от 0,1 до 0,4 %.