

## КРЕМНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ

## Метод определения кальция

Crystal silicon,  
Method of calcium determinationГОСТ  
19014.3—73\*Взамен  
ГОСТ 2178—54  
в части разд. V

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 объемный метод определения кальция (при массовой доле кальция от 0,3 до 1,6%) в кристаллическом кремнии.

Метод основан на комплексонометрическом титровании кальция. Мешающие компоненты (железо, титан и т. д.) маскируются триэтанололамином и винной кислотой.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 20%.

Трилон Б (комплексон III, двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор. Поправочный коэффициент для 0,05 М раствора трилона находят, как указано в разд. 2 ГОСТ 19014.1—73.

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)

Индигокармин, раствор с массовой долей 25% в растворе этилового спирта с массовой долей 50%.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Тимолфталеин.

Флуорексон.

Индикаторная смесь I; готовят следующим образом: 0,4 г флуорексона, 0,33 г тимолфталеина и 40 г хлористого калия смешивают и растирают в агатовой ступке.

Мурексид. Индикаторная смесь II; готовят следующим образом: 1,0 г флуорексона, 0,4 г мурексида, 40 г хлористого калия смешивают и растирают в агатовой ступке.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Триэтаноламин, разбавленный 1:9.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 50%.

Стандартный раствор азотнокислого цинка, 0,05 М раствор; готовят, как указано в разд. 2 ГОСТ 19014.1—73.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Из мерной колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают 100 см<sup>3</sup> раствора в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора триэтанолamina, 10 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты. Далее добавляют 3—5 капель раствора индигокармина и гидроокиси калия до изменения окраски индикатора I или II из синей в желтую, после чего добавляют еще избыток гидроокиси калия 3—4 см<sup>3</sup>.

К полученному раствору добавляют 0,1—0,2 г смеси индикаторов и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из зеленой в фиолетовую с одновременным гашением флуоресценции.

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

### 4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$X = \frac{vK \cdot 0,002004 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где  $v$  — количество 0,05 М раствора трилона Б, израсходованное на титрование кальция, см<sup>3</sup>;

0,002004 — титр 0,05 М раствора трилона Б, выраженный в граммах кальция;

$V$  — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  — аликвотная часть раствора, см<sup>3</sup>;  
 $K$  — поправочный коэффициент;  
 $m$  — навеска кремния, г.

4.2. Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Допускаемые расхождения между крайними результатами анализа, абс. %
От 0,3 до 1,0	0,05
Свыше 1,0 до 1,6	0,07

(Измененная редакция, Изм. № 1).