Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения кремния

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of silicon

ГОСТ 23862.33—79

МКС 77.120.99

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния (от $2 \cdot 10^{-4}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме двуокиси церия).

Метод основан на отгонке кремния в виде фторида, образовании восстановленной формы кремнемолибденовогетерополикислоты с последующим измерением оптической плотности раствора на фотоэлектроколориметре.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0 — 79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.

Баночки полиэтиленовые вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Колбы мерные.

Цилиндры фторопластовые с навинчивающимися крышками, диаметр цилиндра 55 мм, высота 60 мм.

Пипетка полиэтиленовая с делениями, вместимостью 5 $см^3$.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 900—950 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 110—120 °С.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, ос. ч. 21—5.

Кислота хлорная, х.ч., 56%-ный раствор.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84; 2 моль/$дм^3$ раствор.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота борная, ос. ч. 14—3, насыщенный раствор.

Кислота аскорбиновая, раствор с концентрацией 10 г/$дм^3$ (свежеприготовленный).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., дополнительно перекристаллизованный, раствор с концентрацией 50 г/$дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., спиртовой и водный растворы с концентрацией 40 г/$дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта, дополнительно дважды перегнанный в кварцевом аппарате.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7—85, 8—90).

gost.e-ecolog.ru

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Вода деионизованная.

Стандартный раствор кремния (запасной), содержащий 0,2 мг/см^3 кремния: 0,2139 г двуокиси кремния помещают в платиновую чашку, прибавляют 3—4 г углекислого калия-натрия и сплавляют в муфельной печи при 900—950 °С до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают водой, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают, хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор кремния (рабочий), содержащий 10 мкг/см^3 кремния; готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора водой в 20 раз.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В крышку фторопластового цилиндра помещают 1 см^3 спиртового раствора гидроокиси натрия, распределяя его ровным слоем, и высушивают в сушильном шкафу при 50—60 °С. В цилиндр помещают навеску окиси РЗМ массой 1 г, добавляют 2 см^3 воды, 12 см^3 хлорной кислоты, 2 см^3 фтористоводородной кислоты, осторожно перемешивают, сразу же закрывают цилиндр крышкой с гидроокисью натрия и выдерживают в сушильном шкафу при 110—120 °С в течение 2 ч. Затем цилиндр вынимают из шкафа, осторожно снимают крышку, чтобы не было соприкосновения кислот с гидроокисью натрия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. При определении массовой доли кремния от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ %, содержимое крышки переносят в полиэтиленовую банку вместимостью 50 см^3 с раствором борной кислоты (12 см^3), вводят 2 см^3 раствора азотной кислоты, 7 см^3 воды, 2,5 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Через 15 мин приливают 12 см^3 раствора соляной кислоты, 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают в течение 20—30 мин. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 815 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно с анализом пробы проводят через все стадии анализа контрольный опыт на реактивы. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно превышать 0,15, в противном случае заменяют реактивы.

Значение оптической плотности контрольного опыта вычисляют из значения оптической плотности испытуемого раствора. Количество кремния определяют по градуировочному графику.

3.3. При определении массовой доли кремния от $2 \cdot 10^{-3}$ % до $3 \cdot 10^{-2}$ %, содержимое крышки переносят в полиэтиленовую баночку вместимостью 100 см^3 с раствором борной кислоты (25 см^3). Затем вводят 1 см^3 водного раствора гидроокиси натрия, 4 см^3 раствора азотной кислоты, 20 см^3 воды, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Через 15 мин приливают 25 см^3 раствора соляной кислоты, 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Через 20—30 мин полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 815 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве сравнения применяют воду.

Одновременно с анализом пробы проводят через все стадии анализа контрольный опыт на реактивы. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно превышать 0,03, в противном случае заменяют реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Количество кремния определяют по градуировочному графику.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Построение градуировочного графика

3.4.1. В полиэтиленовые баночки вместимостью 50 см^3 вводят по 0,20; 0,40; 0,80; 1,20; 1,60; 2,00 см^3 раствора кремния (содержащего 10 мкг/см^3 кремния), приливают 12 см^3 раствора борной кислоты, 1 см^3 водного раствора гидроокиси натрия, 2 см^3 азотной кислоты, 7 см^3 воды, 2,5 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Через 15 мин в баночку приливают 12 см^3 раствора соляной кислоты и 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Через 20—30 мин полученные растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 см^3, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 815 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

3.4.2. В полиэтиленовые баночки вместимостью 100 см³ вводят по 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 см³ стандартного раствора кремния (содержащего 0,2 мг/см³ кремния), приливают 25 см³ раствора борной кислоты, 2 см³ водного раствора гидроокиси натрия, 4 см³ раствора азотной кислоты, доводят объем водой до 50 см³, приливают 5 см³ раствора молибденовокислого аммония. Через 15 мин приливают 25 см³ раствора соляной кислоты, 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Через 20—30 мин полученные растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доводят объем до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 815 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

3.4.1, 3.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4.3. По полученным значениям оптической плотности строят градуировочные графики, нанося на оси ординат значение оптической плотности раствора и на оси абсцисс — массу кремния.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 10^{-4},$$

где m — масса кремния, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля кремния, %	Допускаемое расхождение, %
2i· 10^{-4}	2i· 10^{-4}
2i· 10^{-3}	$5 \cdot 10^{-4}$
$3 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$

gost.e-ecolog.ru