УДК 669.294:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЙ

Метод определения кремния

Niobium. Method for the determination of silicon

ГОСТ 18385.5—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения кремния в металлическом ниобии от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %.

Метод основан на электротермической атомизации кремния при непосредственной загрузке металлического образца ниобия в печь атомизатора (кювету).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный фирмы Перкин-Элмер модель 300 или аналогичный прибор, предназначенный для работы с графитовой (кюветой) печью.

Лампа полого катода на кремний типа ЛСП или аналогичная.

Весы аналитические.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2.

Стаканы химические вместимостью 50, 100 см^3.

Пипетки 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25.

Вода дистиллированная, дважды перегнанная.

Бумага фильтровальная.

Аргон по ГОСТ 10157.

Натрий кремнекислый по ГОСТ 13079.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289, раствор с массовой долей 5%: навеску натрия вольфрамовокислого 2-водного массой 5,0 г натрия растворяют в дистиллированной воде и переводят в колбу объемом 100 см³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вата минеральная по ГОСТ 4640.

Растворы сравнения

Раствор А (запасной): навеску массой 2,6522 г предварительно прокаленного и доведенного до постоянной массы кремнекислого натрия растворяют в дистиллированной воде и переносят в мерную колбу на 1000 см³. Раствор доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают; 1 см³ раствора содержит 1 мг кремния; проверяют по ГОСТ 4212.

Раствор Б: аликвотную часть раствора А объемом 10 см³ переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают бидистиллированной водой до метки и перемешивают; 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кремния.

Раствор В: аликвотную часть раствора Б объемом 10 см³ переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают; 1 см³ раствора В содержит 0,01 мг кремния.

Растворы сравнения кремния ($РС_1$—$РС_3$), содержащие 0,0005; 0,001; 0,002 мг/см³ кремния: в три мерные колбы вместимостью по 100 см³ вводят 5, 10, 20 см³ раствора В, приливают бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор сравнения кремния $РС_4$, содержащий 0,005 мг/см³ кремния: отбирают 25 см³ раствора В, помещают его в колбу вместимостью 50 см³, приливают бидистиллированную воду до метки и перемешивают.

Растворы сравнения кремния $РС_1$—$РС_4$ готовят в день проведения анализа пробы. При проведении анализа для единичного измерения расходуется 0,02 см³ раствора сравнения. Абсолютное количество кремния в этом объеме для $РС_1$, $РС_2$, $РС_3$, $РС_4$ составляет $1 \cdot 10^{-8}$, $2 \cdot 10^{-8}$, $4 \cdot 10^{-8}$, $1 \cdot 10^{-7}$ г соответственно.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Графитовую печь готовят к работе: в стакан с раствором вольфрамата натрия вертикально помещают 8—10 графитовых кювет, вымачивают в течение 2—3 ч. Затем вынимают кюветы из раствора и высушивают их в сушильном шкафу при температуре 120 °С, располагая вверх загрузочным отверстием. После высушивания кюветы прокаливают в режиме: 100 °С — 30 с, 1000 °С — 10 с, 2600 °С — 30 с. Всю операцию повторяют дважды.

После подготовки прибора к работе согласно инструкции пробу массой 15—30 мг помещают в кювету с помощью шприца-шпа-

теля, включают ток воды и аргона, затем включают нагрев кюветы в соответствии с нижеприведенными режимами в таблице. Те же операции проделывают с растворами сравнения, используемыми для построения градуировочного графика.

Параметры прибора	Режим работы	
	Раствор сравнения	Анализируемая проба
Ток питания, мА (лампа ЛСП)	30	30
Длина волны, нм	251,61	251,61
Температура, °С	110	—
Время сушки, с	30	—
Температура атомизации, °С	2400	2400
Время атомизации, с	60	120
Время остывания графитовой печи, с	40	40

Расход спирта перед каждой установкой кюветы и заменой графитовых контактов составляет 5 см^3

Кювету рекомендуется менять через каждые 50 определений

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Площадь абсорбционного сигнала, полученного от раствора сравнения, рассчитывают по формуле площади треугольника. По результатам измерения растворов сравнения строят градуировочный график зависимости: площадь под кривой абсорбции — масса определяемого элемента.

При анализе металлического ниобия абсорбционный сигнал кремния заметно затянут, поэтому площадь под кривой (S_x), мм^2, вычисляют по формуле

$$S_1 = \frac{A_1(t_2 - t_1)}{\ln \frac{A_{t_1}}{A_{t_2}}},$$

где A_0 — максимальная высота сигнала абсорбции, мм;

t_1 и t_2 — время, соответствующее расстоянию по регистрограмме от момента появления сигнала абсорбции до 40 и 120 с соответственно

A_{t_1} и A_{t_2} — высота сигнала абсорбции в момент времени t_1 и t_2 соответственно, мм

4.1.1. По градуировочному графику находят массу кремния в пробе. Массовую долю кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса кремния, найденная по градуировочному графику, в пробе массой m_1, г.

За результат анализа ($X_{ан}$) принимают среднее арифметическое значение результатов пяти параллельных определений. Абсолютное значение разности максимального и минимального результатов с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должно быть больше $0,7X_{ан}$. Абсолютное значение разности двух анализов с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должно быть больше $0,5X_{ан}$.

5. ПРОВЕРКА ПРАВИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ

Правильность результатов анализа проверяют методом переменной навески. Три навески пробы массой приблизительно по 10 мг и три навески в два раза больше анализируют по разд. 3 и 4.

Разность наибольшего и наименьшего из среднеарифметических значений результатов двух определений из навески массой приблизительно 10 и 20 мг не должна превышать величины допускаемого расхождения результатов двух анализов для массовой доли определяемого элемента, соответствующей среднему результату всех определений.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А. В. Елютин, Л. Н. Филимонов, Э. С. Блинова, И. Д. Гузеев, А.С. Терехова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.12.89 № 3644**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4212—76	Разд. 2
ГОСТ 4640—84	Разд. 2
ГОСТ 10157—79	Разд. 2
ГОСТ 13079—81	Разд. 2
ГОСТ 18289—78	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18385.0—89	1.1

gost.e-ecolog.ru