

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

Метод определения кремния

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

ГОСТ
23862.33—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

Метод основан на отгонке кремния в виде фторида, образовании восстановленной формы кремнемолибденовогетерополиоксидов 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 мл.

Колбы мерные.

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

Полиэтиленовая пипетка на 1 мл.

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

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

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота), ос. ч. 21—5.

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

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—78, 2 н. раствор.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78, дважды перегнанная в кварцевом аппарате, 8 н. раствор.

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

Кислота аскорбиновая, 1%-ный раствор (свежеприготовленный).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., дополнительно перекристаллизованный, 5%-ный раствор.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, х. ч., 4%-ный спиртовой и водный растворы.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта, дополнительно дважды перегнанный в кварцевом аппарате.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332—76.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Вода деионизованная.

Стандартный раствор кремния (запасной), содержащий 0,2 мг/мл 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°C до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают водой, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доводят объем водой до метки и перемешивают, хранят в полиэтиленовой посуде.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

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 мл с раствором борной кислоты (12 мл), вводят 2 мл раствора азотной кислоты, 7 мл воды, 2,5 мл раствора

молибденовокислого аммония. Через 15 мин приливают 12 мл раствора серной кислоты, 5 мл раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают в течение 20—30 мин. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 630$ 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 мл с раствором борной кислоты (25 мл). Затем вводят 1 мл водного раствора гидроокиси натрия, 4 мл раствора азотной кислоты, 20 мл воды, 5 мл раствора молибденовокислого аммония. Через 15 мин приливают 25 мл раствора серной кислоты, 10 мл раствора аскорбиновой кислоты. Через 20—30 мин полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 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 0,03, в противном случае заменяют реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Количество кремния определяют по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

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

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

3.4.2. В полиэтиленовые баночки вместимостью 100 мл вводят по 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 мл стандартного раствора кремния (содержащего 0,2 мг/мл кремния), приливают 25 мл раствора борной кислоты, 2 мл водного раствора гидроокиси натрия, 4 мл раствора азотной кислоты, доводят объем водой до 50 мл, приливают 5 мл раствора молибденовокислого аммония. Через 15 мин приливают 25 мл раствора серной кислоты, 10 мл раствора аскорбиновой кислоты. Через 20—30 мин полученные растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 мл, доводят объем до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 630$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

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 среднее арифметическое двух параллельных определений.

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

Массовая доля кремния, %	Допускаемые расхождения, %
2·10 ⁻⁴	2·10 ⁻⁴
2·10 ⁻³	5·10 ⁻⁴
3·10 ⁻²	5·10 ⁻³

**менение № 2 ГОСТ 23862.33—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Метод
деления кремния**

**зерждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1205**

Дата введения 01.01.91

По всему тексту стандарта заменить: обозначение концентрации: М на
г/дм³.

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ
25—78 на ГОСТ 11125—84.

Раздел 3. По всему тексту заменить значение: 630 нм на 815 нм.

(ИУС № 8 1990 г.)