

## НИОБИЙ

Метод определения кремния

Niobium. Method for the determination of silicon

ГОСТ

18385.5—89

ОКСТУ 1709

ГРПХ  
271Срок 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<sup>3</sup>.

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.



Натрий вольфрамокислый 2-водный по ГОСТ 18289, раствор с массовой долей 5%: навеску натрия вольфрамокислого 2-водного массой 5,0 г натрия растворяют в дистиллированной воде и переводят в колбу объемом 100 см<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный 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 см<sup>3</sup>. Раствор доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают; 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг кремния; проверяют по ГОСТ 4212.

Раствор Б: аликовтную часть раствора А объемом 10 см<sup>3</sup> переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают бидистиллированной водой до метки и перемешивают; 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг кремния.

Раствор В: аликовтную часть раствора Б объемом 10 см<sup>3</sup> переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают; 1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,01 мг кремния.

Растворы сравнения кремния (РС<sub>1</sub>—РС<sub>3</sub>), содержащие 0,0005; 0,001; 0,002 мг/см<sup>3</sup> кремния: в три мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> вводят 5, 10, 20 см<sup>3</sup> раствора В, приливают бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор сравнения кремния РС<sub>4</sub>, содержащий 0,005 мг/см<sup>3</sup> кремния: отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора В, помещают его в колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают бидистиллированную воду до метки и перемешивают.

Растворы сравнения кремния РС<sub>1</sub>—РС<sub>4</sub> готовят в день проведения анализа пробы. При проведении анализа для единичного измерения расходуется 0,02 см<sup>3</sup> раствора сравнения. Абсолютное количество кремния в этом объеме для РС<sub>1</sub>, РС<sub>2</sub>, РС<sub>3</sub>, РС<sub>4</sub> составляет 1 · 10<sup>-8</sup>, 2 · 10<sup>-8</sup>, 4 · 10<sup>-8</sup>, 1 · 10<sup>-7</sup> 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-шипа-

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 остыания графитовой печи, с	40	40

Расход спирта перед каждой установкой кюветы и заменой графитовых контактов составляет 5 см<sup>3</sup>

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<sup>2</sup>, вычисляют по формуле

$$S_x = \frac{A_0(t_2 - t_1)}{\ln \frac{A_{t_1}}{A_{t_2}}},$$

где  $A_0$  — максимальная высота сигнала абсорбции, мм;  
 $t_1$  и  $t_2$  — время, соответствующее расстоянию по регистограмме 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 ( $X_{\text{ан}}$ ) 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  $0,7X_{\text{ан}}$ . Абсолютное значение разности двух анализов с доверительной вероятностью  $P=0,95$  не должно быть больше  $0,5X_{\text{ан}}$ .

### 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 metallurgии 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 ДОКУМЕН-  
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4212—76	Разд. 2
ГОСТ 4540—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