ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57965— 2017

СТЕКЛОВОЛОКНО

Метод определения оксидов редкоземельных элементов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН АО «НПО Стеклопластик» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 063 «Стеклопластики, стекловолокна и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 ноября 2017 г. № 1783-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТЕКЛОВОЛОКНО

Метод определения оксидов редкоземельных элементов

Fiberglass. Method for determination of rare-earth oxides

Дата введения — 2018—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стекловолокно и стекловолокнистые материалы, содержащие от 6 % до 52 % редкоземельных элементов и устанавливает метод определения массовой доли суммы оксидов редкоземельных элементов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042, ИСО 4788) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5712 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **сумма оксидов редкоземельных элементов;** ΣРЗЭ: Смесь оксидов редкоземельных элементов, состоящая из легких оксидов ЛРЗЭ (лантан La, церий Ce, празеодим Pr, неодим Nd), средних оксидов СРЗЭ (самарий Sm , европий Eu, гадолиний Gd, тербий Tb) и тяжелых оксидов ТРЗЭ (диспрозий Dy, гольмий Ho, эрбий Er, туллий Tm, иттербий Yb, лютеций Lu, иттрий Y).

4 Сущность метода

Массовую долю суммы оксидов редкоземельных элементов определяют гравиметрическим методом, осаждением их в виде оксалатов в уксуснокислой среде.

5 Требования к условиям проведения анализа

При проведении анализа необходимо соблюдать следующие условия микроклимата в помещениях лаборатории:

- температура должна быть (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — от 30 % до 80 %.

6 Аппаратура, реактивы, растворы

Аппаратура, реактивы и растворы при определении массовой доли суммы оксидов редкоземельных элементов:

- весы лабораторные аналитические II класса точности по ГОСТ Р 53228;
- гири класса F1 по ГОСТ OIML R 111-1;
- печь муфельная или горелка с температурой нагрева (1000 ± 10) °С;
- чашка платиновая круглодонная по ГОСТ 6563;
- эксикатор 1—180 по ГОСТ 25336, заполненный безводным хлористым кальцием в гранулах;
- весы технические III класса по ГОСТ Р 53228;
- электроплитка бытовая по ГОСТ 14919;
- шкаф сушильный с температурой нагрева не выше (350 ± 5) °С;
- кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 10 %;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная;
- кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61;
- кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %;
- аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, раствор с массовой долей 1 %;
- аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712 раствор концентрации 0,25 моль/дм^3.

Готовят растворением 35,5 г реактива в 200 см^3 дистиллированной воды, фильтруют, доводят объем водой до 1 дм^3 и перемешивают;

- индикатор метиловый красный по [1], раствор с массовой долей 0,1 % в этаноле;
- бумага универсальная индикаторная и бумага индикаторная «конго»;
- фильтры беззольные «синяя лента» диаметром 9 см;
- тигель платиновый с крышкой по ГОСТ 6563;
- цилиндр 1—25, 1—50 по ГОСТ 1770;
- стакан В-1—400ТС по ГОСТ 25336;
- воронка В-75—110ХС по ГОСТ 25336;
- кальций хлористый безводный в гранулах по технической документации, чистый.

Для проведения анализа и приготовления растворов для анализа применяют реактивы квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа», а также импортные реактивы. Допускается замена средств измерения, аппаратуры, реактивов и лабораторной посуды на аналогичные, не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам, по классу точности не ниже указанных в настоящем стандарте.

7 Подготовка к анализу

7.1 Порядок отбора проб от партии определен технической документацией на продукцию.

7.2 Отобранную для испытаний пробу усредняют до аналитической пробы от 2 до 5 г материала, измельчают ножницами, помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфельной печи при температуре (1000 ± 10) °С в течение 1 ч или на горелке от 3 до 5 мин. Затем пробу охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и берут на аналитических весах две параллельные навески для определения оксидов редкоземельных элементов.

8 Определение массовой доли суммы оксидов редкоземельных элементов

8.1 Навеску подготовленной пробы (7.2) массой 0,5 г (m), взятую в платиновой чашке, увлажняют несколькими каплями дистиллированной воды. В чашку приливают 3 см^3 концентрированной серной кислоты, 10 см^3 плавиковой кислоты с массовой долей 40 % и, подложив под чашку кусочек асбеста, медленно выпаривают на электроплитке до влажных солей.

8.2 Остаток из чашки количественно переносят от 40 до 50 см^3 дистиллированной воды в стакан вместимостью 400 см^3, затем в стакан приливают 5 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до объема 100 см^3 и нагревают до полного растворения солей. После охлаждения до комнатной температуры раствор в стакане нейтрализуют по индикатору метиловому красному раствором аммиака, добавляя его по каплям, до начала появления мути, затем приливают 15 см^3 ледяной уксусной кислоты, нагревают до кипения, охлаждают до комнатной температуры и приливают по стенке стакана без перемешивания* 50 см^3 раствора щавелевокислого аммония концентрации 0,25 моль/дм^3. Через 1 ч после осаждения раствор нагревают до кипения, энергично перемешивают и оставляют на время не менее 15 ч.

8.3 Осадок из стакана количественно переносят на фильтр «синяя лента» и промывают на фильтре от 8 до 10 раз раствором щавелевокислого аммония с массовой долей 1 %.

8.4 Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, ставят в муфельную печь при комнатной температуре, нагревают его до температуры 500 °С, выдерживают при этой температуре не менее 1 ч для озоления фильтра и осадок прокаливают при температуре (850 ± 5) °С до постоянной массы. Затем тигель с осадком охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают (m_1).

9 Обработка результатов

Массовую долю суммы оксидов редкоземельных элементов $X_{РЗЭ}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{РЗЭ} = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса осадка оксидов редкоземельных элементов, г;

m — масса навески материала, г.

10 Показатели точности измерения

10.1 За результат массовой доли суммы оксидов редкоземельных элементов принимают среднеарифметическое значение из двух параллельных определений.

Расхождения между параллельными определениями не должны быть более 0,2 %.

10.2 Промежуточные вычисления проводят до 3-го знака после запятой, результат округляют до 2-го знака после запятой.

10.3 Навески материала взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более ±0,0002 г.

10.4 При гравиметрическом определении массовой доли суммы оксидов редкоземельных элементов осадок прокаливают до постоянной массы, т. е. масса при двух последовательных взвешиваниях не должна различаться более чем на 0,0002 г.

---

* При перемешивании происходит быстрое выпадение осадка, что может привести к его окклюзии.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- наименование изготовителя и его товарный знак;
- ссылку на настоящий стандарт;
- все детали, необходимые для идентификации испытанного продукта;
- дату и место проведения испытаний;
- количество проб для испытаний;
- результаты массовой доли суммы оксидов редкоземельных элементов, полученные как среднеарифметическое значение двух результатов;
- любые технологические детали, не оговоренные в настоящем стандарте, и любые обстоятельства, могущие повлиять на полученные результаты;
- фамилию и инициалы лица, проводившего испытания.

Библиография

[1] Технические условия ТУ 6-09-5169—84 «Метиловый красный, индикатор (метилрот; 4-(диметиламино)-АЗОБЕНЗОЛ-2-карбоновая кислота) чистый для анализа»

УДК 677.521.06:006.354 ОКС 59.100.10

Ключевые слова: стекловолокнистые материалы, методы испытаний, определение химического состава

БЗ 12—2017/149

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2017. Подписано в печать 27.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 23 экз. Зак. 2436.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru