

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

НИОБИЙ**ГОСТ****Спектральный метод определения
кремния, титана и железа****18385.2—79****Niobium. Spectral method
for the determination of silicon,
titanium and iron****Взамен
ГОСТ 18385.3—73**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 мая 1979 г. № 1968 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения кремния (от 0,003 до 0,03%), титана (от 0,003 до 0,1%) и железа (от 0,003 до 0,08%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18385.0—79.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЯ, ТИТАНА И ЖЕЛЕЗА

(при массовой доле кремния от 0,003 до 0,02%, титана от 0,003 до 0,01% и железа от 0,003 до 0,03%)

Метод основан на зависимости интенсивности спектральных линий кремния, титана и железа от их массовой доли в образце при возбуждении спектра в дуге переменного тока.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный ДФС-8 с решеткой 1200 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом) или аналогичный ему прибор.

Генератор дуговой ДГ-2 с дополнительным реостатом или аналогичный ему прибор.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°C.

Микрофотометр МФ-2 или аналогичный ему прибор.

Чашки платиновые.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичного типа.

Приспособление для заточки графитовых электродов.

Ступка и пестик ниобиевые.

Ступка и пестик плексигласовые.

Электроды графитовые ОСЧ—7—4 диаметром 6 мм, заточенные до диаметра 3,6 мм (длина заточки 7 мм), с углублением в заточенной части диаметром 2 мм, глубиной 4 мм.

Порошок графитовый марки ОСЧ—7—4.

Пластинки фотографические 9×12 см типа УФС для спектрального анализа или аналогичные им, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Бокс из органического стекла для подготовки проб и образцов сравнения.

Ниобия пятиокись спектрально-чистая.

Железа окись по ГОСТ 4173—77, ч. д. а.

Титана двуокись, х. ч.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—73.

Фиксаж: 300 г серноватистоокислого натрия, 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют соответственно в 700 и 200 мл воды, сливают полученные растворы вместе и доводят общий объем водой до 1 л.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего по 2% кремния и титана и 4% железа в расчете на смесь металлов.*

1,3161 г пятиокси ниобия, 0,428 г двуокси кремния, 0,0334 г двуокси титана и 0,0572 г окиси железа перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч. Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

2.2.2. *Приготовление образцов сравнения (ОС)*

Образцы сравнения готовят последовательным разбавлением основного образца сравнения, а затем каждого последующего образца пятиокисью ниобия.

Массовая доля каждой из определяемых примесей в образцах сравнения (в процентах, в расчете на содержание металла в смеси металлов) и вводимые в смесь навески пятиокси ниобия и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Смеси перетирают в ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и высушивают под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полиэтилена.

Таблица 1

Обозначение рабочего образца сравнения	Массовая доля примеси, %		Массы навесок, г	
	кремний, титан	железо	пятиокиси ниобия	разбавляемого образца
OC1	0,04	0,08	1,9343	0,0400(OC0)
OC2	0,02	0,04	1,0000	1,0000(OC1)
OC3	0,01	0,02	1,0000	1,0000(OC2)
OC4	0,005	0,01	1,0000	1,0000(OC3)
OC5	0,0025	0,005	1,0000	1,0000(OC4)
OC6	0,00125	0,0025	1,00000	1,0000(OC5)

2.2.3. Приготовление буферной смеси, содержащей 89% графитового порошка, 10% хлористого натрия и 1% окиси кобальта.

8,9 г графитового порошка и 1 г хлористого натрия помещают во фторопластовую чашку, добавляют 7 мл 5%-ного раствора азотнокислого кобальта (сухая смесь должна содержать 1% окиси кобальта), нагревают на плитке при 200—300°C до прекращения выделения окислов азота, перетирают в плексигласовой ступке в течение 1,5—2 ч и высушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

2.3. Проведение анализа

0,5 г стружки ниобия промывают соляной кислотой в стеклянном стакане при нагревании. Кислоту сливают, промывают стружку дистиллированной водой и спиртом. Промытую стружку помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфеле до постоянной массы, постепенно повышая температуру до 800°C. Из 1 г ниобия должно получиться 1,43 г пятиокиси ниобия. Полученную пятиокись тщательно перемешивают, отбирают навеску массой 100 мг и перетирают в плексигласовой ступке с 100 мг буферной смеси. Подготовленные образцы набирают в углубления шести угольных электродов, предварительно обожженных в дуге переменного тока $10 \pm 0,5$ А в течение 5 с. Электроды попарно устанавливают в электрододержатели штатива, зажигают между ними дугу переменного тока и фотографируют спектры каждой пары электродов на спектрографе, пользуясь трехлинзовой системой освещения щели. Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра около 290 нм оказался в середине спектрограммы. Ток дуги поддерживают равным $15 \pm 0,5$ А. Межэлектродное расстояние 3 мм, экспозиция каждого спектра 60 с. Те же операции выполняют с образцами сравнения, спектры которых фотографируют на ту же фотопластинку. Спектр каждого анализируемого образца (или каждого образца сравнения) фотографируют три раза.

2.4. Обработка результатов

В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии примеси ($S_{ан}$) и линии

элемента сравнения ($S_{\text{ср}}$) (см. табл. 2) и вычисляют разности почернений $\Delta S = S_{\text{ан}} - S_{\text{ср}}$. По трем значениям $\Delta S_1, \Delta S_2, \Delta S_3$, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение ($\overline{\Delta S}$).

Таблица 2

Аналитическая линия определяемого элемента		Аналитическая линия элемента сравнения	
Элемент	Длина волны, нм	Элемент	Длина волны, нм
Кремний	288,16	Кобальт	288,65
Титан	307,86	Кобальт	307,94
Железо	302,11	Кобальт	302,64

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\lg C - \overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в образце сравнения.

Массовую долю кремния, титана и железа в образце ниобия находят по результатам фотометрирования спектров при помощи градуировочного графика.

Разность наибольшего и наименьшего из результатов трех параллельных определений не должна превышать величин абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Кремний	0,003	0,0015
	0,005	0,0020
	0,01	0,0040
	0,02	0,0060
Титан	0,003	0,0015
	0,005	0,0020
	0,01	0,0040
	0,003	0,0015
Железо	0,005	0,0020
	0,01	0,0040
	0,03	0,0080

2.5. Проверка правильности результатов

Анализируемый образец переводят в пятиокись ниобия по п. 2.4. К 0,5 г полученной пятиокиси ниобия добавляют 0,5 г второго образца сравнения (для первоначально найденной массовой доли кремния и железа в образце, равной 0,01% или меньшей, чем 0,01%) или 0,5 г третьего образца сравнения (для первоначально найденной массовой доли титана, равной 0,005% или меньшей, чем 0,005%). Смеси тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта, высушивают под инфракрасной лампой и анализ проводят по пп. 2.3; 2.4.