

ГОСТ Р 50233.2—92

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

## НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ФТОРА

Издание официальное

63 5—92/650  
24 руб.

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ**

**Ионометрический метод определения  
массовой доли фтора**

Niobium pentoxide.  
Ionometry method for  
determination of fluor content

**ГОСТ Р****50233.2-92**

ОКСТУ 1709

**Дата введения** 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает ионометрический метод определения массовой доли фтора от  $1 \cdot 10^{-2}$  до  $5 \cdot 10^{-1}\%$ .

Метод основан на измерении потенциала фторид-селективного электрода с мембраной из фторида лантана, активированного двухвалентным европием, относительно хлорсеребряного электрода. Измерение проводят в растворе с высокой ионной силой при  $\text{pH} = 5,0 \pm 0,5$ .

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Электрод фторидный марки ЭФ-VI по ТУ 6—08—487 или аналогичный.

Электрод сравнения хлорсеребряный по ГОСТ 16286 или аналогичный.

Иономер лабораторный типа ЭВ-74 или вольтметр цифровой типа В7-23, или аналогичный прибор.

Мешалка магнитная типа ММЗМ с магнитом по ТУ 25—11—834 или аналогичная.

Лампа инфракрасная З-С1.

Печь муфельная с герморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до  $600^{\circ}\text{C}$ .

---

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

**Плитка электрическая лабораторная**Стакан из полиэтилена или винипластига вместимостью 100 см<sup>3</sup>

Ключ электролитический из эбонита диаметром 10—20 мм, высотой 100—120 мм и диаметром верхнего штуцера 5—7 мм

Стакан стеклянный химический вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 200 см<sup>3</sup> и 50 см<sup>3</sup>.Банки полиэтиленовые с завинчивающимися крышками вместимостью 200 и 1000 см<sup>3</sup>**Ступка из органического стекла**Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 см<sup>3</sup>Пипетки с делениями на 1, 5 и 10 см<sup>3</sup>

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»

Тигли никелевые или стеклоуглеродные марки СУ 2000 вместимостью 40 см<sup>3</sup>Колбы фторопластовые вместимостью 100 см<sup>3</sup>Натрий фтористый по ГОСТ 4233, водный раствор концентрации 150 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, высушенный при 105°C

Калий хлористый по ГОСТ 4234, насыщенный раствор

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300

Буферный раствор с pH 4,5 и ионной силой около 1,75 (БРОИС) концентрации 0,86 моль/дм<sup>3</sup> по уксусной кислоте, 1 моль/дм<sup>3</sup> по хлористому натрию, 0,45 моль/дм<sup>3</sup> по уксуснокислому натрию, 0,0116 моль/дм<sup>3</sup> по лимоннокислому натрию, готовят следующим образом 58,5 г хлористого натрия, 61,5 г уксуснокислого натрия, 3 г лимоннокислого натрия помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 500 см<sup>3</sup> воды, добавляют 50 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, растворяют при комнатной температуре, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешиваютОсновной раствор фтора (раствор А), готовят следующим образом навеску фтористого натрия массой 0,2210 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают, затем переливают в полиэтиленовый сосуд Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 30 дней1 см<sup>3</sup> основного раствора А содержит 0,1 мг фтораРабочий раствор фтора (раствор Б), готовят следующим образом 5 см<sup>3</sup> основного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают, затем переливают в полиэтиленовый сосуд1 см<sup>3</sup> рабочего раствора Б содержит 0,01 мг фтора

Рабочий раствор В готовят следующим образом: 5 см<sup>3</sup> рабочего раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора БРОИС, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см<sup>3</sup> рабочего раствора В содержит 0,001 мг фтора.

Рабочие растворы Б и В готовят в день употребления.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов контроля в виде аттестованных смесей

Образцы контроля (ОК) в виде аттестованных смесей используют для проверки точности анализа.

Головной образец контроля (ОК-Г) готовят следующим образом из электролитического ниобия с содержанием фтора не более 0,01 % по массе готовят пятиокись ниобия. Стружку ниобия помещают в плагиновую чашку и прокаливают в муфеле в течение 4 ч до постоянной массы, постепенно повышая температуру до  $(850 \pm 50)^\circ\text{C}$ . Полученную пятиокись ниобия тщательно перетирают, отбирая соответствующие навески и смешивая с фторидом натрия в ступке из органического стекла. Смесь тщательно перегибают с этиловым спиртом до получения кашицеобразной массы. Перемешивание проводят в течение часа, а затем в течение часа смесь сушат под инфракрасной лампой.

Из головного ОК готовят рабочие образцы контроля (ОК-1), смешивая соответствующие навески ОК-Г и пятиокиси ниобия. Рабочий образец контроля ОК-2 готовят смешиванием навесок ОК-1 с пятиокисью ниобия.

Массовая доля фторида натрия и пятиокиси ниобия в образцах контроля приведена в табл. 1.

Таблица 1  
Состав образцов контроля пятиокиси ниобия

Обозначение образца контроля	Массовая доля фтора, %	Масса навесок, г			Обозначение предыдущего ОК
		пятиокиси ниобия	фторида натрия	ОК	
ОК-Г	1,00	9,779	0,221	—	—
ОК 1	0,20	10,000	—	2,500	ОК-Г
ОК 2	0,05	7,500	—	2,500	ОК 1

Образцы контроля хранят в полиэтиленовых банках с завинчивающимися крышками. Срок хранения — до 12 мес.

### 3.2. Подготовка электрода к работе

На штативе иономера укрепляют бачок из органического стекла, соединенный с рабочим объемом датчика электролитическим ключом. Бачок и электролитический ключ заполняют насыщенным раствором хлористого калия, погружают в бачок хлорсеребряный электрод. Фторидный электрод и электролитический ключ помещают в рабочий объем датчика — винилластовый стакан, установленный на столике *магнитной мешалки*. В стакан помещают магнит, приливают 40—45 см<sup>3</sup> раствора БРОИС. Систему электродов присоединяют к соответствующим гнездам иономера (цифрового вольтметра). Потенциал фторидного электрода должен устанавливаться постоянным через 2—3 мин и должен быть не менее 290 мВ. После получения постоянного значения потенциала приступают к проведению анализа.

### 3.3. Построение градуировочного графика

В стеклянный стакан помещают 800—1300 мг гидроокиси натрия, добавляют 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки, перемешивают и переливают в полиэтиленовый сосуд. Щелочной раствор используют для построения градуировочного графика.

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> приливают до 25 см<sup>3</sup> раствора БРОИС, по 10 см<sup>3</sup> щелочного раствора, затем в первые две колбы 1 см<sup>3</sup>, 2,5 см<sup>3</sup> рабочего раствора В, а в остальные 0,5 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup> рабочего раствора фтора Б. Содержимое колб доводят до метки водой, перемешивают 1 см<sup>3</sup> полученных растворов, содержит  $2 \cdot 10^{-5}$ ;  $5 \cdot 10^{-5}$ ;  $1 \cdot 10^{-4}$ ;  $2 \cdot 10^{-4}$  мг фтора. Далее в полученных растворах измеряют потенциал электрода. Измерения начинают с наименьшей концентрации фтора.

По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения потенциала электрода в милливольтах, а на оси абсцисс — отрицательный логарифм концентрации фтора (*pF* раствора). Значение *pF* для раствора составляют соответственно 5,98; 5,58; 5,28 и 4,98.

Отклонение точек градуировочного графика от прямой не должно превышать  $\pm 3$  мВ. Крутизна характеристики электрода не должна быть менее 45 мВ на единицу *pF*. В случае отклонения от указанного значения электрод заменяют.

Градуировочный график строят с каждой серией проб.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навески пробы массой 0,050—0,100 г (в зависимости от содержания фтора) помещают в никелевые или стеклоуглеродные тигли, добавляют 0,5—1,0 г гидроокиси натрия, выдерживают в му-

феле при 600°C в течение 5—10 мин до однородного плава. Плав охлаждают до комнатной температуры, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, нагревают до 50—70°C, перемешивая содержимое тигля фторопластовой палочкой, при этом фтор в виде растворимых фторидов переходит в раствор, соединения ниобия выпадают в ссадок в результате гидролиза. Содержимое тигля фильтруют через фильтр «белая лента» в полиэтиленовую банку

предварительным добавлением на фильтр 5—10 см<sup>3</sup> воды с целью исключения сворачивания фильтра от концентрированного щелочного раствора. Фильтр промывают два раза водой, фильтрат и промывные воды переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают, затем переливают в полиэтиленовую банку. В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> заливают 25 см<sup>3</sup> раствора БРОИС, 10 см<sup>3</sup> раствора пробы, доводят водой до метки и перемешивают, pH полученного раствора (5,0±0,5) единиц. В полученном растворе измеряют потенциал электрода по п. 3.3.

Массовую долю фтора находят по градуировочному графику.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю фтора ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot V_0 \cdot V_1 \cdot 19}{m \cdot V_a} \cdot 100,$$

где  $A$  — концентрация фтора в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг-ион/см<sup>3</sup>;

$V_0$  — первоначальный объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — вместимость мерной колбы при разбавлении анализируемого объема, см<sup>3</sup>;

19 — атомная масса фтора;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, мг;

$V_a$  — объем аликовтной части анализируемого раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

Значение  $A$  определяют следующим образом: по градуировочному графику определяют значение  $pF$  анализируемого раствора, из значений  $pF$  по таблице логарифмов находят концентрацию фтора в миллиграммах на кубический сантиметр.

За результат параллельного определения принимают результат, полученный из двух аликовтных частей раствора одной навески.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, выполненных на двух навесках.

5.2. Расхождения между двумя результатами параллельных определений и двумя результатами анализа (разность большего и меньшего) с доверительной вероятностью  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля фтора, %	Допускаемое расхождение, %	
	двух результатов параллельных определений	двух результатов анализа
$1,0 \cdot 10^{-2}$	$0,2 \cdot 10^{-2}$	$0,6 \cdot 10^{-2}$
$2,0 \cdot 10^{-2}$	$0,3 \cdot 10^{-2}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$
$5,0 \cdot 10^{-2}$	$0,8 \cdot 10^{-2}$	$1,7 \cdot 10^{-2}$
$1,0 \cdot 10^{-1}$	$0,2 \cdot 10^{-1}$	$0,2 \cdot 10^{-1}$
$2,0 \cdot 10^{-1}$	$0,5 \cdot 10^{-1}$	$0,8 \cdot 10^{-1}$
$5,0 \cdot 10^{-1}$	$0,5 \cdot 10^{-1}$	$0,8 \cdot 10^{-1}$

Допускаемые расхождения промежуточных значений массовых долей фтора рассчитывают методом линейной интерполяции.

## 6. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа проводят в каждой серии анализируемых проб. Одновременно с серией проб проводят анализ образцов для контроля ОК-1 или ОК-2.

Полученные содержания фтора в образцах контроля не должны отличаться от аттестованного содержания смесей более чем на 0,06 % для образца ОК-1 и на 0,012 % для образца ОК-2. В случае превышения указанных отклонений анализ серии проб повторяют.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственным научно-исследовательским и проектным институтом редкометаллической промышленности

### РАЗРАБОТЧИКИ:

С. Б. Илькова, Л. Д. Штенке

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 03.09.92 № 1096

**3. Срок первой проверки — 1998 г.**  
Периодичность проверки — 5 лет

**4. ВВЕДЕН В ПЕРВЫЕ**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4463—76	2
ГОСТ 16286—84	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18385.0—89	1
ГОСТ 22280—76	2
ТУ 6—08—487—81	2
ТУ 25—11—834—73	2

Редактор В. М. Лысенкина  
Технический редактор О. Н. Никитина  
Корректор В. С. Черная

Сдано в наб. 14.10.92 Подп. в печ. 27.11.92 Усл. п. л. 05 Усл. кр.-отт 05 Уч.-изд. л. 045.  
Тир. 10

Ордент «ЭЛПК Почта» П. д. № 1015557 Москва ГСП Новомосковский пер. 3  
г. «Московский печатник» Москва Лялин пер. 6 Зак. 1579