

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли фтора

Niobium pentoxide
Method for the determination of
fluor content

ГОСТ

18184.2-79

Взамен
ГОСТ 18184.2-72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1979 г. № 1695 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.

до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли фтора от 0,1 до 0,35 %.

Метод основан на пирогидролитическом выделении фтора в виде кремнефтористоводородной кислоты и фотометрическом определении фтора по снижению интенсивности окраски раствора комплекса алюминия с арсеназо 1 в результате его разрушения фторионами.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

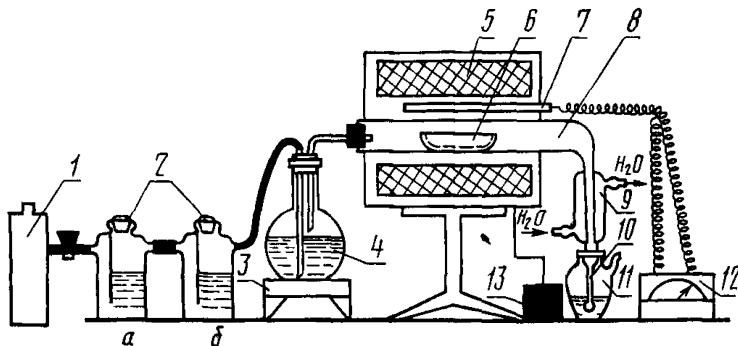
1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для пирогидролиза (см. чертеж), состоящая из следующих элементов:

электрической трубчатой печи типа СУОЛ—0,25.1/12—М1, длиной 250 мм с силитовыми стержнями, обеспечивающими нагрев до 1100°C, снабженной автотрансформатором типа РНО-250—5 для регулирования температуры печи, термопарой платина-платино-родиевой ТПП-11 и милливольтметром по ГОСТ 8711—78; парообразователя (колба вместимостью 500 мл); кварцевой трубки с внутренним диаметром 27—28 мм, длиной 500 мм; отводной трубки, припаянной к кварцевой трубке, согнутой под прямым углом,

длиной 260 мм и диаметром 6 мм, конец отводной трубы снабжен барботером с отверстиями в 1 мм; холодильника длиной 100 мм и диаметром 15 мм, напаянного на отводную трубку, кварцевой колбы-приемника со шлифом и отводной трубкой (высота колбы 90 мм, вместимость 100 мл); системы поглотительных со-



1 — баллон с азотом 2 — промывные склянки 3 — элекроплитка 4 — поглощатель, — трубчатая пыль 6 — кварцевая лодочка 7 — термопары 8 — кварцевая трубка 9 — холодильник 10 — отводная трубка с барботером 11 — колба приемника 12 — манометр 13 — твотрансформатор

судов для очистки поступающего из баллона азота — промывных склянок, одна из которых заполнена 1%-ным раствором марганцовокислого калция в 5%-ном растворе гидроокиси натрия, другая — водой, кварцевой лодочки длиной 60 мм, шириной 20 мм, высотой 15 мм, баллона с газообразным азотом по ГОСТ 9293-74, технический, электроплитки мощностью 600 Гт

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или аналогичный прибор

Весы аналитические.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428-73, ч д а

Колбы мерные вместимостью, 50, 100, 500 и 1000 мл.

Цилиндры мерные вместимостью 250 мл

Пипетки стеклянные без делений вместимостью 5 и 10 мл

Склянки из темного стекла вместимостью 1 л

Банки полиэтиленовые вместимостью 1 л с крышками из полимера этилена

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, ч д а, 0,025 н и 5%-ный растворы

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, ч д а, 1%-ный раствор

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч д а, разбавленная 1:50 и 1 н раствор

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199-77, ч д а, 1 н раствор.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518-75, ч д а

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, ч д а, раствор, содержащий 1 мг алюминия в 1 мл, готовят следующим образом: 17,6 г алюмокалиевых квасцов растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают

Арсеназо 1, 0,1% ный водный раствор

Раствор комплекса алюминия с арсеназо 1, готовят следующим образом в мерную колбу вместимостью 1000 мл вводят пипеткой 10 мл раствора алюмокалиевых квасцов, 200 мл раствора арсеназо 1, 50 мл 1 н раствора соляной кислоты, 100 мл раствора уксуснокислого натрия и разбавляют водой до метки Раствор хранят в склянке из темного стекла (годен для применения через сутки после его приготовления)

Основной раствор фтора, готовят следующим образом: 1 г фтористого аммония растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 мл и разбавляют водой до метки, 1 мл основного раствора содержит 1 мг фтора Основной раствор хранят в полиэтиленовой банке,

10 мл основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А, 1 мл раствора А содержит 0,01 мг фтора Раствор А хранят в полиэтиленовой банке

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы в мерные колбы вместимостью 50 мл вводят 1, 2, 3, 4; 5 мл раствора А, добавляют по 10 мл раствора комплекса алюминия с арсеназо 1, доводят водой до метки и перемешивают Полученные образцовые растворы содержат 0,01, 0,02, 0,03, 0,04 и 0,05 мг фтора соответственно

Одновременно в такой же колбе готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реагенты, кроме раствора А

Через 10—15 мин после приготовления измеряют оптическую плотность образцовых растворов на фотоэлектроколориметре по отношению к раствору сравнения в качестве которого используют контрольный раствор, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, пользуясь светофильтром № 7 при длине волны 580 нм

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы фтора в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Воду нагревают в парообразователе до кипения, пропускают через него ток азота со скоростью 2—3 пузырька в секунду. В приемник наливают 10 мл 0,025 н. раствора гидроокиси натрия и нагревают печь до 400°C.

0,2 г пятиокиси ниобия смешивают в кварцевой лодочке с 0,3 г двуокиси кремния. Выключают печь, быстро вставляют лодочку в среднюю часть кварцевой трубки с помощью крючка из жаропрочной стали и тотчас же присоединяют парообразователь к печи. Вновь включают печь и повышают температуру до 1000°C. По достижении этой температуры процесс пирогидролиза продолжают в течение 15—20 мин, затем печь выключают. Полученный в приемнике раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и разбавляют водой до метки. Отбирают 5 мл полученного раствора в мерную колбу вместимостью 50 мл, нейтрализуют раствором соляной кислоты, разбавленной 1 : 50, по индикаторной бумаге конго красной до изменения окраски с красной на фиолетовую, добавляют 10 мл раствора комплекса алюминия с арсеназо I, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к одновременно приготовленному контрольному раствору по п. 3.1.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу фтора в анализируемой пробе в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000} ,$$

где m_1 — масса фтора, найденная по градуировочному графику, мг;

V — аликвотная часть раствора, взятая для определения, мл;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами и результатами двух анализов не должны превышать величин, указанных в таблице, при доверительной вероятности $P=0,95$.

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. Из проб этой серии берут пробу, для которой

Массовая доля фтора, %	Допускаемые расходления, %
0,1	0,02
0,2	0,04
0,35	0,07

найденная по разд. 3—5—массовая доля X_1 , % — лежит в пределах от 0,1 до 0,35% и ближе всего к 0,1%, и по ранее найденным по градуировочному графику двум значениям массы фтора m в аликовтной части $V=5$ мл вычисляют среднее арифметическое значение \bar{m} . От этой пробы берут три навески массой точно по m г, точно вычисляя численное значение m по формуле

$$m = \frac{0,02}{\bar{X}_{1,b}},$$

где $\bar{X}_{1,b}$ — число, безразмерная величина, численно равная массовой доле фтора X_1 % во взятой пробе. К этим навескам, помещенным в кварцевые лодочки, добавляют точно по 0,5 мл основного раствора фтора. Содержимое лодочек подсушивают на электрической плитке, анализируют, как указано выше, находят по градуировочному графику три значения массы фтора m мг, содержащейся в аликовтных частях соответствующих растворов объемом по $V=5$ мл, и вычисляют по этим значениям

среднее арифметическое значение \bar{m}_2 мг фтора.

Анализы серии проб правильны, когда разность

$$\bar{m}_2 - \bar{m}_1 \frac{m_b}{0,2},$$

(где m_b — число, безразмерная величина, численно равная взятой навеске пробы m , г) не меньше 0,022 и не больше 0,028 мг фтора. Если это условие не выполняется, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число одинаковых навесок массой m , г до шести, и получая значение \bar{m}_2 мг, как среднее арифметическое из найденных шести значений m мг фтора. Разность

$$\bar{m}_2 - \bar{m}_1 \frac{m_b}{0,2},$$

не должна быть меньше 0,023 и больше 0,027 мг фтора.

Изменение № 1 ГОСТ 18184.2—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фтора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 759

Дата введения 01.11.90

Пункт 11 Заменить ссылку ГОСТ 18184.0—79 на ГОСТ 18385.0—79

Раздел 2 Второй абзац после слов «из баллона азота» дополнить словами

(Продолжение см. с. 200)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184 2—79)

«или аргона», после слов «с газообразным азотом по ГОСТ 9293—74» дополнить словами «или аргоном по ГОСТ 10157—79»,

подрисуночную подпись после слов «1 — баллон с азотом» дополнить словами «или аргоном»,

пятый абзац изложить в новой редакции «Кремний (IV) оксид по ГОСТ 9428—73 ч 1 а»,

заменить ссылку ГОСТ 199—77 на ГОСТ 199—78.

(ИУС № 7 1990 г.)

к ГОСТ 18184.2—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фотопа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Под наименованием стандарта По всему тексту стандарта	— мл л н.	ОКСТУ 1709 см ³ дм ³ МОЛЬ/дм ³
	(ИУС № 7 1985 г.)	