ГОСТ Р 50233.2—92

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ФТОРА

Издание официальное

БЗ 5—92/650

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222:546.16.06:006.354 Группа Л19

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 pH = 5,0±0,5.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электрод фторидный марки ЭF-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 терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 600 °С.

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 винипласта вместимостью 100 см³.

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

Стакан стеклянный химический вместимостью 1000 см³, 200 см³ и 50 см³.

Банки полиэтиленовые с завинчивающимися крышками вместимостью 200 и 1000 см³.

Ступка из органического стекла.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 см³.

Пипетки с делениями на 1, 5 и 10 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Тигли никелевые или стеклоуглеродные марки СУ 2000 вместимостью 40 см³.

Колбы фторопластовые вместимостью 100 см³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4233, водный раствор концентрации 150 г/дм³.

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 °С.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, насыщенный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Буферный раствор с pH 4,5 и ионной силой около 1,75 (БРОИС) концентрации 0,86 моль/дм³ по уксусной кислоте, 1 моль/дм³ по хлористому натрию, 0,45 моль/дм³ по уксуснокислому натрию, 0,0116 моль/дм³ 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 см³, приливают 500 см³ воды, добавляют 50 см³ уксусной кислоты, растворяют при комнатной температуре, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Основной раствор фтора (раствор А), готовят следующим образом: навеску фтористого натрия массой 0,2210 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают, затем переливают в полиэтиленовый сосуд. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде не более 30 дней.

1 см³ основного раствора А содержит 0,1 мг фтора.

Рабочий раствор фтора (раствор Б), готовят следующим образом: 5 см³ основного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой, перемешивают, затем переливают в полиэтиленовый сосуд.

1 см³ рабочего раствора Б содержит 0,01 мг фтора.

Рабочий раствор В готовят следующим образом: 5 см³ рабочего раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 25 см³ раствора БРОИС, доводят до метки водой, перемешивают.

1 см³ 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 платиновую чашку и прокаливают в муфеле в течение 4 ч до постоянной массы, постепенно повышая температуру до (850±50)°С. Полученную пятиокись ниобия тщательно перетирают, отбирая соответствующие навески и смешивая с фторидом натрия в ступке из органического стекла. Смесь тщательно перетирают 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 - - винипластовый стакан, установленный на столике магнитной мешалки. В стакан помещают магнит, приливают 40 —45 см³ 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 см³ дистиллированной воды и 20 см³ раствора хлористого натрия. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки, перемешивают и переливают в полиэтиленовый сосуд. Щелочной раствор используют для построения градуировочного графика.

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см³ приливают до 25 см³ раствора БРОИС, по 10 см³ щелочного раствора, затем в первые две колбы 1 см³, 2,5 см³ рабочего раствора В, а в остальные 0,5 см³, 1 см³ рабочего раствора фтора Б. Содержимое колб доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ 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 ±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°С в течение 5—10 мин до однородного плава. Плав охлаждают до комнатной температуры, приливают 20 см³ раствора хлористого натрия, нагревают до 50—70 °С, перемешивая содержимое тигля фторопластовой палочкой, при этом фтор в виде растворимых фторидов переходит в раствор, соединения ниобия выпадают в осадок в результате гидролиза. Содержимое тигля фильтруют через фильтр «белая лента» в полиэтиленовую банку с предварительным добавлением на фильтр 5—10 см³ 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 см³, доводят водой до метки, перемешивают, затем переливают в полиэтиленовую банку. В мерную колбу вместимостью 50 см³ заливают 25 см³ раствора БРОИС, 10 см³ 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/см³;

V_0 — первоначальный объем анализируемого раствора, см³;

V_1 — вместимость мерной колбы при разбавлении анализируемого объема, см³;

19 — атомная масса фтора;

m — масса навески анализируемой пробы, мг;

V_a — объем аликвотной части анализируемого раствора, взятый для определения, см³.

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 аликвотных 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 ВПЕРВЫЕ**

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. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,45. Тир. 197 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1579

gost.e-ecolog.ru