УДК 669.294:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЙ

Спектральный метод определения вольфрама и молибдена

Niobium. Spectral method for the determination of the tungsten, molybdenum

ГОСТ 18385.6—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения вольфрама и молибдена от 0,002 до 0,05%.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральных линий вольфрама и молибдена от их массовой доли в анализируемой пробе при возбуждении спектра в дуге постоянного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом и трехлинзовым конденсором).

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 260 В и силу тока 20 А.

Печь муфельная.

Микрофотометр типа МФ-2 или аналогичного типа.

Чашки платиновые, кварцевые или алундовые.

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Приспособление для заточки графитовых электродов.

Ступка и пестик ниобиевые или агатовые.

Ступка и пестик плексигласовые.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990

gost.e-ecolog.ru

Электроды графитовые марки ОСЧ 7—3 диаметром 6 мм с углублением диаметром 4 мм и глубиной 3 мм (нижние).

Электроды графитовые марки ОСЧ 7—3 диаметром 6 мм, заточенные на конус с площадкой диаметром 1 мм (верхние).

Пластинки фотографические 9×12 см тип II или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Серебро хлористое, х. ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, о. с. ч.

Вольфрама (VI) окись по ТУ 6—09—397.

Молибдена трехокись по ТУ 48—19—134, ч.

Ниобия пятиокись (спектрально-чистая).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Проявитель по ГОСТ 10691.1.

Фиксаж: навески серноватистокислого натрия массой 300 и 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773 растворяют в 700 и 200 см^3 воды соответственно, полученные растворы сливают и доводят общий объем до 1 дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего 1% молибдена и 1% вольфрама (в расчете на массовую долю молибдена и вольфрама в смеси металлических ниобия, молибдена и вольфрама) на основе пятиокиси ниобия. Навески пятиокиси ниобия массой 2,8038 г, 0,0300 г окиси молибдена и 0,0252 г окиси вольфрама перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч (расход спирта на одну операцию 30 см^3). Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

3.2. Приготовление образцов сравнения (ОС)

Образцы сравнения готовят из основного образца сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия, не содержащей молибдена и вольфрама (чистоту основы для приготовления образцов сравнения контролируют спектральным методом (методом добавок)), перетиранием смеси в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч (расход спирта на одну операцию 30 см^3) и просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы. Массовая доля молибдена и вольфрама в образцах сравнения (в процентах) в расчете на содержание металла в смеси металлов (при массе смеси металлов 2 г) и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

3.3. Приготовление буферной смеси

Буферную смесь, содержащую 70% хлористого серебра и 30% сернокислого калия: перетирают в ступке навески указанных ве-

ществ. Полученную смесь хранят в плотно закрытой светонепроницаемой посуде.

Таблица 1

Обозначение образца сравнения	Массовая доля каждой из примесей, %	Масса навески, г	
		пятиокиси ниобия	разбавляемого образца
ОС1	0,05	2,7160	0,1430 (ООС)
ОС2	0,02	1,7163	1,1444 (ОС1)
ОС3	0,01	1,4305	1,4305 (ОС2)
ОС4	0,005	1,4305	1,4305 (ОС3)
ОС5	0,002	1,7166	1,1444 (ОС4)

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску стружки ниобия массой 0,5 г промывают соляной кислотой в стеклянном стакане при нагревании. Кислоту сливают, промывают стружку дистиллированной водой и спиртом (расход спирта на одну операцию 3 см³). Промытую стружку помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфеле до постоянной массы, постепенно повышая температуру до 800 °С. Из 1 г ниобия должно получиться 1,43 г пятиокиси ниобия. Полученную пятиокись тщательно перетирают, отбирают от нее навеску 200 мг и перетирают в плексигласовой ступке с навеской массой 100 мг буферной смеси. Подготовленный образец плотно набивают в углубления трех нижних электродов. Избыток материала, выступающий выше верхней кромки электрода, очищают шпателем. Электрод с образцом устанавливают в электрододержатель штатива и между этим и верхним электродом зажигают дугу постоянного тока, при этом поддерживают ток дуги равный (15±0,5) А, межэлектродное расстояние должно быть 3 мм, экспозиция — 30 с.

Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра 430 нм оказался в середине спектрограммы.

Те же операции, за исключением перевода в пятиокись, выполняют с каждым из образцов сравнения.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитических линий молибдена или вольфрама ($S_{л+ф}$) и фона рядом с линией ($S_ф$) и вычисляют разность почернений ($\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$). По трем значениям ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение (ΔS).

Аналитические линии и области спектра для измерения фона приведены в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Диапазон определяемых концентраций, %	Аналитическая линия, длина волны, нм	Фон спектра, область длин волн, нм
Молибден	0,002—0,01	429,32	>429,32
Молибден	0,01—0,05	426,93	>426,93
Вольфрам	0,002—0,01	429,46	<429,46
Вольфрам	0,01—0,05	426,94	<426,94

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\lg C — \overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли молибдена или вольфрама в образце сравнения. Массовую долю молибдена или вольфрама в образце находят по результатам фотометрирования трех спектров при помощи градуировочного графика.

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

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Молибден	0,002	0,001
	0,010	0,004
	0,050	0,015
Вольфрам	0,002	0,001
	0,010	0,004
	0,050	0,015

Если в спектрах основы образцов сравнения имеется слабая линия определяемого элемента, то при построении градуировочного графика вносят поправку на значение массовой доли определяемого элемента в основе. Внесение поправки допустимо лишь при условии, что это значение не превышает установленного для метода нижнего предела определения.

5.2. Проверка правильности результатов

Один из анализируемых образцов проверяемой серии переводят в пятиокись (см. разд. 4). К навеске пятиокиси ниобия массой 0,5 г добавляют навеску массой 0,5 г второго образца сравнения (для первоначально найденной массовой доли молибдена

или вольфрама в анализируемом образце, равной 0.01 % или меньшей) или навеску массой 0,5 г первого образца сравнения для массовой доли молибдена в анализируемом образце 0,01—0,03 %. Смесь тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта (расход спирта на одну операцию 3 $см^3$), высушивают под инфракрасной лампой и анализируют по разд. 4, 5.

Анализы правильны, если для первой смеси образца и добавки, за вычетом половины первоначально найденной массовой доли в образце, получено $(0{,}010 \pm 0{,}003)$ %, а для второй смеси $(0{,}025 \pm 0{,}005)$ % молибдена или вольфрама.

Если результаты выходят за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализов повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. Полученные средние значения должны быть: для первой смеси $(0{,}01 \pm 0{,}002)$ %, для второй смеси $(0{,}025 \pm 0{,}004)$ %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А. В. Елютин, Л. Н Филимонов, А. А. Никитина, В. Г. Мискарьянц, Э. С. Блинова, А. С. Терехова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.12.89 № 3644**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 4145—74	Разд. 2
ГОСТ 10691.1—84	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18385.0—79	1.1
	Разд. 2
ТУ 48—19—134—85	Разд 2

gost.e-ecolog.ru