УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения ниобия

Alloys and foundry alloys of rare metals. Methods for determination of niobium

ГОСТ 25278.7—82

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения ниобия:

фотометрический (от 5 до 30%) — для сплавов (лигатур) на основе циркония, содержащих не более 5% титана, и на основе гафния (компоненты: алюминия не более 10%, молибдена не более 10%, тантала не более 30%);

дифференциальный фотометрический (от 30 до 70%) — для сплавов (лигатур) на основе ванадия, содержащих не более 5% циркония, и в бинарных сплавах ниобий — рений.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с 4- (2-пиридилазо)-резорцином в тартратно-солянокислом (0,6 М по соляной кислоте) растворе. Определению не мешают до 10 мг молибдена, титана, ванадия (IV), алюминия, железа; до 2 мг циркония и до 1 мг гафния (в присутствии трилона Б); до 0,5 мг тантала.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр марки ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³.

Пипетки с делениями на 5 см³.

Пипетки без деления 5 и 10 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Мензурки мерные на 50 и 100 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, растворы 150 и 30 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

4- (2-пиридилазо)-резорцин динатриевая соль, 1-водная (ПАР) водный раствор 1 мг/см³.

Ниобий металлический, содержащий не менее 99,9% ниобия, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см³ ниобия: 0,1 г металлического ниобия помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 4 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 600—700°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ раствора винной кислоты 150 г/дм³. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 20 мкг/см³, готовят разбавлением стандартного раствора раствором винной кислоты 30 г/дм³ в 50 раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, нескольго капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ раствора винной кислоты 150 г/дм³, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор разбавляют еще раз: в мерную колбу

вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора (при ожидаемой массовой доле ниобия 5—15%) или 5 см³ (при массовой доле ниобия 15—30%) и доводят до метки раствором винной кислоты 30 г/дм³.

Для определения ниобия отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, около 50 см³ воды, 1 см³ раствора трилона Б, 5 см³ раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой. Через 1 ч (окрашенные растворы устойчивы 24 ч) измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=540$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм относительно нулевого раствора, содержащего все реактивы, кроме ниобия.

Массу ниобия находят по градуировочному графику.

2.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают из микробюретки от 1,0 до 5,0 см³ стандартного рабочего раствора ниобия с интервалом 1,0 см³, разбавляют (при необходимости) до 5 см³ раствором винной кислоты 30 г/дм³, приливают 10 см³ соляной кислоты, около 50 см³ воды, 1 см³ раствора трилона Б, 5 см³ раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой. В одну из колб приливают все реактивы, за исключением ниобия (нулевой раствор). Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=540$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса ниобия. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю ниобия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m\cdot V\cdot V_1}{m_1\cdot V_2\cdot V_3\cdot 10},$$

где m — масса ниобия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы при первом разбавлении см³;

V_1 — вместимость мерной колбы при втором разбавлении раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля ниобия, %	Допускаемые расхождения, %
5,0	0,4
10,0	0,8
15,0	1,3
20,0	1,7
25,0	2,1
30,0	2,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с 4- (2-пиридилазо)-резорцином (ПАР) в тартратно-солянокислом (1 М по соляной кислоте) растворе. Измерение оптической плотности растворов производят по отношению к раствору сравнения, содержащему 0,6 мг ниобия. Ванадий (IV) и рений определению не мешают. Цирконий маскируют трилоном Б.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ-4А или аналогичный прибор.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Плитка электрическая.

Мешалка механическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Колба Бунзена с водоструйным насосом.

Тигли Гуча № 4.

Фильтр «красная лента».

Колбы мерные вместимостью 100 и 500 см³.

Пипетки с делениями на 5 и 10 см³.

Пипетки без деления на 5 и 10 см³.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 250 и 500 см³.

Мензурки мерные на 50 и 100 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, растворы 100 и 40 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Эфир этиловый по ГОСТ 8981—78.

4- (2-пиридилазо)-резорцин динатриевая соль, 1-водная (ПАР), очищенный переосаждением, водный раствор 1 мг/см³.

Очистка ПАР: 0,5 г продажного реагента растворяют в 250 см³ этилового спирта при постоянном перемешивании в течение 2 ч. Нерастворившийся осадок отфильтровывают на бумажный фильтр средней плотности «красная лента» и отбрасывают. К фильтрату добавляют при перемешивании трехкратный (по объему) избыток этилового эфира. Полноту осаждения реагента проверяют добавлением эфира к порции осветленного раствора. Через 30 мин раствор с осадком фильтруют через фильтр «красная лента», помещенный в тигель Гуча. Осадок на фильтре промывают несколько раз эфиром. Высушивают осадок на фильтре при комнатной температуре.

Ниобий металлический, содержащий не менее 99,9% ниобия, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см³ ниобия: 0,5 г металлического ниобия помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 10 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 600—700°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 200 см³ раствора винной кислоты 100 г/дм³, полученный раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор ниобия (рабочий), содержащий 100 мкг/см³, готовят разбавлением стандартного раствора раствором винной кислоты 40 г/дм³ в 10 раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 600—700°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 100 см³ раствора винной кислоты 100 г/дм³ и по охлаждении переводят раствор в

мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ раствора винной кислоты 100 г/дм³ и доводят до метки водой.

Для определения ниобия в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 5,7 или 10 см³ раствора, содержащие 0,7—0,8 мг ниобия, приливают до 12,5 см³ раствором винной кислоты 40 г/дм³ (общее количество винной кислоты 500 мг), прибавляют 0,5 см³ раствора трилона Б, 15—20 см³ воды, 15 см³ соляной кислоты, 15 см³ раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реагента, и доводят до метки водой. Через 3 ч (окрашенные растворы устойчивы 24 ч) измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при $\lambda = 540$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 0,6 мг ниобия: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 6 см³ рабочего раствора ниобия, приливают до 12,5 см³ раствора винной кислоты 40 г/дм³, 0,5 см³ раствора трилона Б, 15—20 см³ воды, 15 см³ соляной кислоты, 15 см³ раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реагента. Через 3 ч раствор используют в качестве раствора сравнения.

Массу ниобия находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят из бюретки 6,0; 6,5; 7,0; 7,5 и 8,0 см³ рабочего раствора ниобия, что соответствует 0,6; 0,65; 0,7; 0,75 и 0,8 мг ниобия. Приливают до 12,5 см³ раствор винной кислоты 40 г/дм³ 0,5 см³ трилона Б, 15—20 см³ воды, 15 см³ соляной кислоты, 15 см³ раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой и перемешивают. Через 3 ч измеряют оптическую плотность растворов, содержащих от 0,65 до 0,8 мг ниобия, по отношению к раствору, содержащему 0,6 мг ниобия, на спектрофотометре при $\lambda = 540$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса ниобия. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю ниобия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

где m — масса ниобия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ниобия, %	Допускаемые расхождения, %
30,0	0,8
35,0	1,0
40,0	1,1
45,0	1,3
50,0	1,4
55,0	1,5
60,0	1,7
65,0	1,8
70,0	1,9

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120.**

3. **Срок проверки — 1993 г.**
Периодичность проверки — 5 лет.

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 5817—77	2.1, 3.1
ГОСТ 7172—76	2.1, 3.1
ГОСТ 8981—78	3.1
ГОСТ 10652—73	2.1, 3.1
ГОСТ 26473.0—85	1.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096.**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).**

Изменение № 2 ГОСТ 25278.7—82 Сплавы и лигатуры редких металлов. Методы определения ниобия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2758

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России

(Продолжение см. с. 28)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Последний абзац. Заменить слова: «и в бинарных сплавах ниобий-рений» на «и для бинарных сплавов ниобий-рений и ниобий-титан».

Раздел 3. Вводная часть. Заменить слова: «и рений» на «рений и титан».

Пункт 3.1. Двадцать второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(ИУС № 6 1998 г.)

gost.e-ecolog.ru