**к ГОСТ 18184.6—79 Ниобия пятиокись. Спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть |
|---|---|---|
| Под наименованием стандарта | — | ОКСТУ 1709 |
| По всему тексту стандарта | мл | $см^3$ |
| | л | $дм^3$ |

(ИУС № 7 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222:546.824—31.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

## Спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана

Niobium pentoxide
Method for the determination of dioxide titanium content

**ГОСТ 18184.6—79**

Взамен
ГОСТ 18184.6—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

до 01.01.91 ИУСТ-85

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана от 0,005 до 0,03%.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии титана от содержания двуокиси титана в пробе пятиокиси ниобия при возбуждении спектра в дуге переменного тока.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79.

### 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 1200 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом) или другой аналогичный прибор.

Генератор дуговой типа ДГ-2 с дополнительным реостатом.

Микрофотометр типа МФ-2 или другой аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или весы аналогичного типа.

Станок для заточки графитовых электродов.

Лампа инфракрасная ИЗК-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или регулятором аналогичного типа.

Ступка с пестиком ниобиевые.

Ступка с пестиком плексигласовые.

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4, диаметром 6 мм,

Издание официальное Перепечатка воспрещена

заточенные до диаметра 3 мм (длина заточки 7 мм) с углублением в заточенной части диаметром 2 мм и глубиной 4 мм (нижние).

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4, диаметром 6 мм, заточенные на конус с площадкой диаметром 3 мм (верхние).

Порошок графитовый марки ОС. Ч 7—4.

Фотопластинки спектрографические типа УФШ, размером 9×12 см или фотопластинки аналогичного типа, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Титана двуокись пигментная по ГОСТ 9808—75, х. ч.

Ниобия пятиокись спектрально-чистая.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.

Раствор азотнокислого кобальта; готовят следующим образом: 9,145 г азотнокислого кобальта по ГОСТ 4528—78, ч. д. а., растворяют в дистиллированной воде. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора азотнокислого кобальта содержит 0,029 г кобальта, что соответствует 0,0410 г окиси кобальта ($Co_2O_3$).

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Полиэтиленовые банки с крышками из полиэтилена.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—73.

Фиксаж; готовят следующим образом: 300 г серноватистокислого натрия по СТ СЭВ 223—75 и 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют в 700 и 200 мл воды соответственно, сливают полученные растворы вместе и доводят водой их общий объем до 1 л.

Бокс из органического стекла для подготовки проб и образцов сравнения.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. *Приготовление образцов сравнения*

Основной образец пятиокиси ниобия, содержащий 2% двуокиси титана и 98% пятиокиси ниобия, готовят следующим образом: 0,040 г двуокиси титана и 1,960 г пятиокиси ниобия перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч, перетертую смесь сушат под инфракрасной лампой до постоянной массы. Основной образец хранят в полиэтиленовой банке с крышкой из полиэтилена.

Из основного образца готовят четыре образца сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия, не содержащей титана. Массовая доля двуокиси титана в образцах сравнения в процентах (в расчете на содержание двуокиси титана в смеси с

пятиокисью ниобия) и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Таблица 1

| Обозначение образца сравнения | Массовая доля двуокиси титана, % | Масса навесок, г | |
|---|---|---|---|
| | | ниобия пятиокиси | разбавляемого образца (в скобках указано его обозначение) |
| ОС1 | 0,04 | 1,9600 | 0 0400 (ООС) |
| ОС2 | 0,02 | 1,0000 | 1,0000 (ОС1) |
| ОС3 | 0,01 | 1,0000 | 1,0000 (ОС2) |
| ОС4 | 0 005 | 1,2000 | 0,8000 (ОС3) |

Каждую смесь перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и сушат под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полиэтилена.

3.2. *Приготовление буферной смеси*

Буферную смесь, состоящую из 89% графитового порошка, 10% хлористого натрия и 1% окиси кобальта (кобальт — элемент сравнения), готовят следующим образом: 4,4500 г графитового порошка и 0,5000 г хлористого натрия помещают в фарфоровую чашку и добавляют 1,23 мл раствора азотнокислого кобальта.

Смесь греют на плитке при 200—300°С до прекращения выделения окислов азота, перетирают в плексигласовой ступке в течение 1,5—2 ч и сушат под инфракрасной лампой.

Буферную смесь хранят в полиэтиленовой банке с крышкой из полиэтилена.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,05 г пятиокиси ниобия смешивают в течение 20 мин в плексигласовой ступке с 0,05 г буферной смеси. Подготовленную пробу плотно набивают в углубления шести графитовых электродов, предварительно обожженных в дуге переменного тока при 10±0,5 А в течение 5 с. Электроды попарно (верхний и нижний с пробой) устанавливают в электрододержатели штатива. Между электродами зажигают дугу переменого тока от генератора ДГ-2 и фотографируют спектры трех пар электродов с помощью спектрографа ДФС-8 с решеткой 1200 штр/мм, пользуясь трехлинзовой системой освещения щели. Ток дуги поддерживают 15±0,5 А, межэлектродное растояние 3 мм, экспозиция 60 с. Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра около 290 нм оказался в середине спектрограммы.

Те же операции выполняют с образцами сравнения, спектры которых фотографируют на ту же фотопластинку.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии титана $S_л$ и линии элемента сравнения (кобальта) $S_{ср}$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_л - S_{ср}$. По трем значениям $\Delta S_1$, $\Delta S_2$, $\Delta S_3$, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение

$$\overline{\Delta S} = \frac{1}{3}(\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3).$$

В табл. 2 указаны используемая аналитическая линия титана и линия элемента сравнения кобальта.

Таблица 2

| Определяемая примесь | Элемент | Аналитическая линия, длина волны, нм | Линия элемента сравнения, длина волны, нм |
|---|---|---|---|
| Двуокись титана | Титан | 307,86 | Кобальт 307,94 |

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочные графики в координатах $\lg C - \overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли двуокиси титана в образце сравнения. Массовую долю двуокиси титана в пробе пятиокиси ниобия находят по результатам фотометрирования трех спектров пробы при помощи градуировочного графика.

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 табл. 3, при доверительной вероятности $P = 0{,}90$.

Таблица 3

| Массовая доля двуокиси титана, % | Допускаемые расхождения, % | |
|---|---|---|
| | между наибольшим и наименьшим из результатов трех параллельных определений | между большим и меньшим из результатов двух анализов |
| 0,005 | 0,003 | 0,002 |
| 0,01 | 0,004 | 0,003 |
| 0,02 | 0,008 | 0,005 |
| 0,03 | 0,012 | 0,008 |

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. Из серии проанализированных проб выбирают

такую пробу, в которой найденная массовая доля двуокиси титана составляет 0,01%.

К 0,75 г пробы добавляют 0,25 г первого образца сравнения ОСІ (см. п. 3.1). Смесь перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта, сушат под инфракрасной лампой до постоянной массы и анализируют, как указано выше.

Анализы серии проб правильны, когда в полученной смеси, за вычетом $^3/_4$ первоначально найденной массовой доли двуокиси титана в пробе, найдено $0{,}01 \pm 0{,}003\%$.

Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. В смеси пробы с добавкой, за вычетом $^3/_4$ первоначально найденной массовой доли двуокиси титана в пробе, должно быть найдено среднее значение в пределах $0{,}01 \pm 0{,}0025\%$.

5.3. Для проверки значения контрольного опыта 0,05 г пятиокиси ниобия перемешивают в течение 20 мин в плексигласовой ступке с 0,05 г буферной смеси, взятых из тех же партий пятиокиси ниобия и буферной смеси, которые использовались при приготовлении основного образца и образцов сравнения по пп. 3.1—3.2. Подготовленную пробу плотно набивают в углубления шести графитовых электродов, предварительно обожженных в дуге переменного тока при $10 \pm 0{,}5$ А в течение 5 с, и фотографируют спектры по разд. 4. В полученных спектрограммах фотометрированием находят почернения аналитической линии титана — 307,8 нм и фона спектрограммы рядом с этой линией. Разность почернений $S_{л+ф} - S_{ср}$ не должна превышать 0,02 единицы почернения.

**Изменение № 1 ГОСТ 18184.6—79 Ниобия пятиокись. Спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана**

**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 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18184.0—79 на ГОСТ 18385.0—79.

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить слово: «плексигласовые» на «из органического стекла»;

семнадцатый абзац. Заменить значения: 0,029 г на 0,018 г; 0,0410 на 0,025 г;

восемнадцатый абзац исключить;

*(Продолжение см. с. 204)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.6—79)*

заменить ссылки: ГОСТ 9808—75 на ГОСТ 9808—84, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 10691.1—73 на ГОСТ 10691.1—84, СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86.

Пункт 3.1. Первый абзац дополнить словами: «Расход спирта на операцию — 20 $см^3$»;

таблица 1. Заменить значения: 1,2000 на 1,000; 0,8000 на 1,0000;

третий абзац дополнить словами: «Расход спирта на одну операцию — 20 $см^3$».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить значение. 1,23 $см^3$ на 2 $см^3$.

Пункт 5.1. Третий абзац после слов «логарифм» дополнить словом: «величины».

Пункт 5.2 исключить.

(ИУС № 7 1990 г.)



gost.e-ecolog.ru