к ГОСТ 18184.1—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фосфора

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

(ИУС № 7 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222:546.18.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли фосфора

Niobium pentoxide
Method for the determination of phosphorus content

ГОСТ 18184.1—79

Взамен
ГОСТ 18184.1—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

90 01.01.91 дуст. 85

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли фосфора от 0,005 до 0,3%.

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующей экстракцией комплекса смесью изобутилового спирта и хлороформа и восстановлением его в органическом слое двухлористым оловом и фотометрированием экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 600—700°С.

Весы аналитические.

Тигли никелевые.

Стаканы кварцевые вместимостью 100 мл.

Колбы мерные вместимостью 25, 100, 1000 мл.

Воронки делительные вместимостью 100 мл.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 5, 10 мл.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Пипетки без делений вместимостью 25 мл.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 5%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч., 10 и 20%-ный растворы.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, ч. д. а., 5%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78, ос. ч.; азотную кислоту кипятят до обесцвечивания и разбавляют водой 1 : 1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., очищенный перекристаллизацией, 10%-ный раствор.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016—77, ч. д. а., перегнанный.

Хлороформ, х. ч. или медицинский для наркоза, перегнанный.

Смесь изобутилового спирта и хлороформа в соотношении 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, ч. д. а., 10%-ный раствор в соляной кислоте, 0,4%-ный раствор (готовят разбавлением 10%-ного раствора водой в день применения).

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч.

Вода деионизированная с удельным сопротивлением 20—24 МОм. см. (0,2—0,24 МОм. м).

Раствор для разбавления; готовят следующим образом: смешивают 40 мл 5%-ного раствора гидроокиси натрия и 60 мл 20%-ного раствора хлористого натрия.

Основной раствор фосфора; готовят следующим образом: 0,439 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают, 1 мл основного раствора содержит 100 мкг фосфора. 100 мл основного раствора фосфора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А. 1 мл раствора А содержит 10 мкг фосфора

10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор Б. 1 мл раствора Б содержит 1 мкг фосфора. Раствор Б готовят в день применения.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы: в две группы кварцевых стаканов вместимостью 100 мл (с меткой на 45 мл) помещают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл раствора Б и 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мл раствора А, что соответствует 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 6,0 мкг фосфора.

Объем раствора в каждом стакане доводят раствором для разбавления до 10 мл, прибавляют 0,4 мл раствора фтористого аммония, нейтрализуют растворы азотной кислотой до pH 6—7 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 мл этой же кислоты, доводят объем раствора водой до 45 мл и прибавляют 5 мл раствора молибденовокислого аммония. После добавления каждого реактива растворы перемешивают.

Через 5 мин полученные растворы переводят в делительные воронки, приливают по 5 мл изобутилового спирта и энергично встряхивают 10 раз до насыщения водного раствора изобутиловым спиртом, добавляют по 5 мл смеси изобутилового спирта с хлороформом, переворачивают воронки 40 раз в течение 1 мин и оставляют стоять до расслаивания. Нижние слои переводят в сухие мерные колбы вместимостью 25 мл, фильтруя жидкости через сухие бумажные фильтры. Экстрагирование повторяют с 2,5 мл смеси изобутилового спирта и хлороформа. После отстаивания нижний слой фильтруют через тот же фильтр, что использовался при первой экстракции, и объединяют первый и второй экстракты в той же колбе.

В каждую из таких колб затем приливают 0,5 мл 0,4%-ного раствора двухлористого олова и слабо помешивают содержимое колбы вращением. Экстракт разбавляют изобутиловым спиртом до метки и перемешивают.

Одновременно в двух кварцевых стаканах параллельно готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме растворов А и Б.

Не позднее чем через 15 мин после приготовления измеряют оптическую плотность образцовых растворов на спектрофотометре или на фотоэлектроколориметре (светофильтр № 5) по отношению к раствору сравнения, в качестве которого используют изобутиловый спирт, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 610 нм.

Из значения оптической плотности образцовых растворов вычитают среднее значение оптической плотности контрольных растворов. Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать значения 0,03.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,1 г пятиокиси ниобия сплавляют в никелевом тигле с 2 г гидроокиси натрия при 600°С до получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают, приливают 25 мл 20%-ного раствора

хлористого натрия и кипятят в течение 1—2 мин. Раствор с осадком переводят в кварцевый стакан вместимостью 100 мл, затем обработку тигля повторяют в тех же условиях и содержимое его переносят в тот же стакан. Раствор с осадком фильтруют через фильтр «красная лента», собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 мл, промывая тигель и осадок на фильтре 20 мл 10%-ного раствора хлористого натрия. Раствор в колбе разбавляют водой до метки и перемешивают. Пипеткой отбирают от 10 до 2 мл полученного раствора (при массовой доле фосфора от 0,005 до 0,05% отбирают 10 мл, при массовой доле более 0,05 до 0,15% отбирают 3—5 мл, при массовой доле более 0,15 до 0,30% отбирают 2—3 мл) и помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 мл, разбавляют до 10 мл раствором для разбавления, приливают 0,4 мл раствора фтористого аммония, смесь нейтрализуют раствором азотной кислоты до pH 6—7 по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 5 мл той же азотной кислоты, 0,6 мл раствора фтористого аммония (объем фтористого аммония уменьшается соответственно взятой аликвотной части) и тщательно перемешивают. Приливают 5 мл раствора азотной кислоты, воду до 45 мл, 5 мл раствора молибденовокислого аммония, перемешивая после добавления каждого реактива. Через 5 мин раствор переводят в делительную воронку, проводят экстракцию и измеряют оптическую плотность органического слоя, как указано в п. 3.1.

Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного раствора, который готовят одновременно в тех же условиях с прибавлением тех же реактивов, кроме анализируемой пробы.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу фосфора в микрограммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг;

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 $P = 0{,}95$.

Массовая доля фосфора, %	Допускаемые расхождения, %
0,005	0,003
0,02	0,004
0,10	0,015
0,20	0,03
0,30	0,05

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. К трем одинаковым аликвотным частям (объемом по 10 мл) одного из анализируемых растворов пробы, в каждой из которых масса фосфора, установленная по разд. 4—5, составляет 1 мкг, добавляют по 1 мл раствора Б. Полученные растворы анализируют, как указано выше. За результат анализа аликвотных частей с добавками фосфора принимают среднее арифметическое значение результатов трех определений в этих трех аликвотных частях. Анализы серии проб правильны, когда полученный средний результат отличается от исходной массы фосфора в аликвотных частях без добавки фосфора не более чем на 1,2 и не менее чем на 0,8 мкг фосфора. Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число одинаковых аликвотных частей того же анализируемого раствора пробы до шести. Полученный средний результат должен отличаться от исходной массы фосфора в аликвотных частях раствора не более чем на 1,2 и не менее чем на 0,8 мкг фосфора.

Изменение № 1 ГОСТ 18184.1—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фосфора

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 Исключить ссылку: ГОСТ 36—78;
заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru