ГОСТ Р 50233.5—92

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

ХИМИКО-АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ МЕТАЛЛОВ

Издание официальное

БЗ 5—92/651

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222.543.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Химико-атомно-эмиссионный метод определения примесей металлов

Niobium pentoxide.
Chemical-atomic-emission method
for determination of impurity metals

ГОСТ Р 50233.5—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает химико-атомно-эмиссионный метод определения примесей металлов в концентрате, полученном после экстракционного отделения основы.

Метод основан на предварительном концентрировании примесей, возбуждении и фотографической регистрации дуговых эмиссионных спектров полученного концентрата и образцов сравнения на порошковом графите.

Интервалы определяемых массовых долей примесей металлов в пятиокиси ниобия, %:

ванадия	от $1 \cdot 10^{-5}$	до $1 \cdot 10^{-3}$;
кобальта	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
марганца	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
железа	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-3}$;
меди	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-3}$;
никеля	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
хрома	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
молибдена	от $5 \cdot 10^{-6}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
олова	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
свинца	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $5 \cdot 10^{-4}$;
вольфрама	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $2 \cdot 10^{-2}$;
титана	от $5 \cdot 10^{-5}$	до $2 \cdot 10^{-3}$;
магния	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $3 \cdot 10^{-3}$;
алюминия	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-3}$.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штр./мм и трехлинзовой системой освещения или аналогичного типа.

Генератор дуговой типа ДГ-2 с дополнительным реостатом, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом или аналогичный.

Выпрямитель (250—300) В, (30—50) А.

Микрофотометр типа МФ-2 или аналогичного типа.

Спектропроектор типа ПС-18 или аналогичного типа.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды графитовые фасонные для спектрального анализа ОСЧ 7—4 диаметром 6 мм с кратером глубиной 6 мм и диаметром 4 мм.

Электроды графитовые фасонные для спектрального анализа ОСЧ 7—4 диаметром 6 мм, заточенные на конус с углом при вершине 15° и с площадкой диаметром 1,5 мм на конце. Очистке обжигом подвергают каждую пару электродов непосредственно перед анализом (электрод, заточенный на конус-катод, электрод с кратером — анод).

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ (до 500 мг) или аналогичного типа.

Ступка и пестик из органического стекла.

Электроплитка.

Флаконы из полиэтилена с пробками вместимостью 50 см³.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Воронки делительные из кварца вместимостью 50 см³.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 2 см³.

Цилиндры мерные из полиэтилена вместимостью 10 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 10 и 100 см³.

Пластинки фотографические спектрографические типа ПФС-02 и ПФС-04 размером 13×18 см или 9×12 см или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий и фона в спектре.

Проявитель:

метол по ГОСТ 25664	— 2,2 г;
натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195	— 96 г;
гидрохинон по ГОСТ 19627	8,8 г;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 — 48 г;
калий бромистый по ГОСТ 4160 — 5 г;
вода — до 1000 см³.

Фиксаж:
натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244 — 300 г;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773 — 20 г;
вода — до 1000 см³.

Кислота фтористоводородная ОСЧ 27—5, плотностью 1,06 г/см³ и разбавленная 1 : 1.

Углерод четыреххлористый, х. ч., перегнанный.

Три-н-октиламин (ТОА), ч., 0,2 моль/дм³ раствор ТОА в четыреххлористом углероде, готовят смешиванием 10 см³ ТОА с 90 см³ четыреххлористого углерода.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300, перегнанный.

Вода деионизованная.

Ванадия пятиокись, ч. д. а.

Кобальта (III) окись по ГОСТ 18671, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Марганца (IV) окись по ГОСТ 4470.

Меди (II) окись по ГОСТ 16539.

Молибдена окись, х. ч.

Никеля окись черная по ГОСТ 4331.

Свинца окись, ч. д. а.

Титана двуокись, ч. д. а.

Хрома окись по ГОСТ 2912.

Вольфрама окись, х. ч.

Железа окись.

Олова (IV) оксид по ГОСТ 22516.

Магния оксид по ГОСТ 4526.

Алюминия окись безводная для спектрального анализа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пятиокиси ниобия

0,1—0,5 г пятиокиси ниобия помещают в тигель из стеклоуглерода, приливают 10 см³ концентрированной фтористоводородной кислоты, накрывают крышкой из фторопласта и растворяют при нагревании. Охлажденный раствор переводят в мерный цилиндр из полиэтилена и доводят до 10 см³ фтористоводородной кислотой, разбавленной 1 : 1.

3.2. Экстракционное разделение и концентрирование примесей

Раствор пробы переносят в полиэтиленовый флакон с пробкой и экстрагируют ниобий тремя порциями раствора ТОА по 10 см³.

Каждую экстракцию проводят, перевертывая воронку 60—100 раз в течение 2 мин. Для разделения водной и органической фаз используют кварцевую делительную воронку. После расслаивания жидкостей органический слой (нижний) каждый раз отбрасывают. Водную фазу сливают в тигель из стеклоуглерода, добавляют 50 мг графита и упаривают досуха. Осадок переносят из тигля с помощью шпателя из рентгеновской пленки на кальку и подвергают спектральному анализу. Параллельно проводят контрольный опыт через все стадии анализа.

3.3. Спектральный анализ концентратов

3.3.1. *Приготовление образцов сравнения (ОС)*

Основной образец сравнения (ООС), содержащий по 1 % определяемых примесей (в расчете на содержание металла в смеси окислов и порошкового графита) готовят механическим смешиванием порошкового графита с окислами соответствующих металлов: навески массой 0,0189 г окиси алюминия, 0,0179 г пятиокиси ванадия, 0,0141 г окиси кобальта, 0,0158 г окиси марганца, 0,0125 г окиси меди, 0,0141 г окиси никеля, 0,0127 г оксида олова, 0,0108 г окиси свинца, 0,0146 г окиси хрома, 0,0150 г окиси молибдена, 0,0167 г двуокиси титана, 0,0126 г окиси вольфрама, 0,0143 г окиси железа, 0,0166 г оксида магния помещают в ступку из органического стекла и добавляют 0,7934 г порошкового графита. Смесь тщательно перетирают с этиловым спиртом в течение 50 мин и выпаривают под инфракрасной лампой в боксе из органического стекла.

Массовые доли каждой из определяемых примесей в образцах ОС1 — ОС9 и вводимые в смесь навески порошкового графита и разбавляемого образца приведены в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля каждой из определяемых примесей, %	Масса навесок, г	
		графитового порошка	разбавляемого образца (в скобках — обозначение)
ОС1	$1 \cdot 10^{-1}$	1,800	0,200 (ООС)
ОС2	$3 \cdot 10^{-2}$	1,400	0,600 (ОС1)
ОС3	$1 \cdot 10^{-2}$	1,333	0,667 (ОС2)
ОС4	$3 \cdot 10^{-3}$	1,400	0,600 (ОС3)
ОС5	$1 \cdot 10^{-3}$	1,333	0,667 (ОС4)
ОС6	$3 \cdot 10^{-4}$	1,400	0,600 (ОС5)
ОС7	$1 \cdot 10^{-4}$	1,333	0,667 (ОС6)
ОС8	$3 \cdot 10^{-5}$	1,400	0,600 (ОС7)
ОС9	$1 \cdot 10^{-5}$	1,333	0,667 (ОС8)

Навески порошкового графита и разбавляемого образца помещают в ступку из органического стекла, тщательно перетирают с этиловым спиртом в течение 30 мин и высушивают под инфракрасной лампой. Образцы сравнения хранят в плотно закрытых банках из органического стекла.

3.3.2. *Спектральное определение примесей*

К концентрату, полученному из анализируемой пробы, а также к 50 мг каждого из образцов сравнения (ОС1 — ОС9) добавляют по 2 мг хлористого натрия и перемешивают. Смеси помещают в кратеры графитовых электродов диаметром 4 мм и глубиной 6 мм, предварительно обожженных в течение 15 с. Нижний электрод с пробой (или с образцами сравнения) служит анодом. Верхним электродом является графитовый электрод, заточенный на конус. Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 15 А. Расстояние между электродами 3 мм. Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-8 с решеткой 600 штр./мм, работающем в первом порядке. Применяют трехлинзовую осветительную систему. Ширина щели спектрографа 15 мкм, время экспозиции — 70 с. Промежуточную диафрагму подбирают так, чтобы почернения фона вблизи аналитических линий находились в области нормальных почернений.

В одинаковых условиях фотографируют по два раза спектры концентратов анализируемых проб, спектры концентратов, полученных из контрольных опытов и спектры каждого из образцов сравнения. Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде в течение 15 мин и сушат.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ (см. табл. 2) и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны аналитических линий, нм	Определяемый элемент	Длина волны аналитических линий, нм
Ванадий	318,5	Молибден	317,0
Кобальт	242,4	Олово	317,5
Марганец	280,1	Свинец	283,3
Железо	248,3	Вольфрам	294,4
Медь	324,7	Титан	307,8
Никель	300,2	Магний	277,9
Хром	302,1	Алюминий	257,5

По двум значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое результатов $\overline{\Delta S}$. От полученных средних значений $\overline{\Delta S}$ переходят к соответствующим значениям логарифмов относительной интенсивности $\lg \frac{I_A}{I_\Phi}$, используя таблицу, приведенную в приложении к ГОСТ 13637.1. Используя значения $\lg C$ и $\lg \frac{I_A}{I_\Phi}$, полученные для образцов сравнения, строят градуировочный график в координатах ($\lg C$, $\lg \frac{I_A}{I_\Phi}$). Пользуясь этим графиком, по значениям $\lg \frac{I_A}{I_\Phi}$ для концентратов контрольных опытов, определяют среднее содержание примеси $C_к$ в концентратах контрольных опытов. Соответственно по значению $\lg \frac{I_A}{I_\Phi}$ для концентратов анализируемой пробы находят по градуировочному графику среднюю массовую долю C определяемой примеси в концентратах анализируемой пробы.

Массовую долю примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_2}(C - C_к),$$

где m_1 — масса навески графитового порошка-коллектора, мг;

m_2 — масса навески ниобия, мг;

C — средняя массовая доля примеси в концентратах анализируемой пробы, %;

$C_к$ — средняя массовая доля примеси в концентратах контрольного опыта, %.

Значение $C_к \cdot \frac{m_1}{m_2}$ не должно превышать установленный для метода нижний предел определяемых массовых долей примеси более чем в два раза.

4.2. Расхождения между тремя результатами параллельных определений и двумя результатами анализа (отношение наибольшего к наименьшему) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ должны не превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Ванадий	$5 \cdot 10^{-5}$	2,7	Молибден	$5 \cdot 10^{-5}$	3,4
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,4		$1 \cdot 10^{-3}$	3,2
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0		$5 \cdot 10^{-3}$	2,9
	$1 \cdot 10^{-3}$	1,8		$1 \cdot 10^{-2}$	2,4
				$5 \cdot 10^{-2}$	2,1
Кобальт	$5 \cdot 10^{-5}$	2,5			
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,0	Олово	$5 \cdot 10^{-5}$	2,5
	$5 \cdot 10^{-4}$	1,8		$1 \cdot 10^{-4}$	2,3
				$5 \cdot 10^{-4}$	2,0
Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$	2,8			
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,5	Свинец	$5 \cdot 10^{-5}$	2,7
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,2		$1 \cdot 10^{-4}$	2,5
				$5 \cdot 10^{-4}$	2,3
Железо	$1 \cdot 10^{-4}$	2,9			
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,7	Вольфрам	$1 \cdot 10^{-4}$	3,8
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,5		$1 \cdot 10^{-3}$	3,0
				$5 \cdot 10^{-3}$	2,8
Медь	$1 \cdot 10^{-4}$	3,1		$2 \cdot 10^{-2}$	2,4
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,8			
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,4	Титан	$5 \cdot 10^{-5}$	3,0
				$1 \cdot 10^{-4}$	4,4
Никель	$5 \cdot 10^{-5}$	2,6		$5 \cdot 10^{-4}$	2,2
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,2		$2 \cdot 10^{-3}$	2,0
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0			
			Магний	$1 \cdot 10^{-3}$	2,9
Хром	$5 \cdot 10^{-5}$	2,8		$3 \cdot 10^{-3}$	2,6
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,6			
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,4	Алюминий	$5 \cdot 10^{-4}$	2,8
				$1 \cdot 10^{-3}$	2,6

Допускаемые расхождения промежуточных значений массовых долей примесей рассчитывают методом линейной интерполяции.

4.3. Контроль точности анализа проб химико-атомно-эмиссионным методом проводят для каждой определяемой примеси при переходе к новому комплекту образцов сравнения.

С этой целью для одной и той же пробы, содержащей определяемую примесь в контролируемом интервале массовых долей, с использованием старого (C_c) и нового ($C_н$) комплектов образцов сравнения получают по четыре результата анализа и вычисляют средние геометрические значения $\bar{C}_c$ и $\bar{C}_н$. Затем находят отношение большего из полученных значений $\bar{C}_c$ и $\bar{C}_н$ к меньшему. Анализ выполнен правильно, если это отношение не превышает значения корня квадратного из значения допускаемого расхождения между двумя результатами анализа, приведенного в табл. 3 для массовой доли, равной C.

Для каждой определяемой примеси контроль точности анализа проводят для каждого интервала между ближайшими по массовой доле примеси образцами сравнения, по мере поступления на анализ соответствующих проб.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственным научно-исследовательским и проектным институтом редкометаллической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мискарьянц, В. А. Орлова, В. С. Мороз

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 03.09.92 № 1099

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, пункта
ГОСТ 83—79	2
ГОСТ 195—77	2
ГОСТ 244—76	2
ГОСТ 2912—79	2
ГОСТ 5773—78	2
ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4331—78	2
ГОСТ 4470—79	2
ГОСТ 4526—75	2
ГОСТ 13637.1—77	4.1
ГОСТ 16539—79	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18385.0—89	1
ГОСТ 18671—73	2
ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 22516—77	2
ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 25664—83	2

Редактор *В. М. Лысенкина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 14.10.92 Подп. в печ. 02.12.92 Усл. печ. л. 0.75. Усл. кр.-отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0.60. Тир. 209 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1582

gost.e-ecolog.ru