ГОСТ Р 50233.1—92

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ

Издание официальное

БЗ 5—92/649

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222:546.22.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Кулонометрический метод определения массовой доли серы

Niobium pentoxide.
Coulometry method for determination of sulfur content

ГОСТ Р
50233.1—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает кулонометрический метод определения массовой доли серы от $5 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ %.

Метод основан на сжигании навески пятиокиси ниобия в токе кислорода при 1250—1300 °С, поглощении образующейся двуокиси серы поглотительным раствором с определенным начальным значением pH и последующим измерением количества электричества, затраченного на генерирование реактива в поглотительном растворе, которое пропорционально содержанию серы в навеске пробы.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кулонометрическая установка АС 7932 или аналогичная установка любого типа со всеми принадлежностями.

Печь трубчатая горизонтальная с силитовыми нагревателями, обеспечивающими температуру нагрева 1250—1350 °С.

Трубка огнеупорная фарфоровая с внутренним диаметром 18—20 мм и длиной 600—800 мм, предварительно прокаленная по всей длине при 1250—1300 °С.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147 длиной 70 мм, шириной 10 мм и высотой 10 мм. Перед применением лодочки прокаливают при рабочей температуре в токе кислорода и хранят в эксикато-

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

ре. Шлиф крышки эксикатора не покрывают смазывающими веществами.

Кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583.

Крючок из жаростойкой стали длиной 700 мм.

Поглотительный раствор, готовят следующим образом: в стакан вместимостью 1000 см³ наливают 500 см³ дистиллированной воды, затем при умеренном нагревании растворяют 30 г хлористого бария и 70 г хлористого калия. После охлаждения до комнатной температуры приливают 15 см³ соляной кислоты и 20 см³ пероксида водорода. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Вспомогательный раствор, готовят следующим образом: в стакан вместимостью 1000 см³ наливают 500 см³ дистиллированной воды, растворяют в ней при умеренном нагревании 200 г хлористого калия, охлаждают раствор до комнатной температуры и приливают 300 см³ пероксида водорода. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Поглотительный и вспомогательный растворы допускается готовить в соответствии с типом применяемой кулонометрической установки.

ГСО состава углеродистой стали с содержанием серы в интервале $5 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-1}$ %.

Ванадия пятиокись.

Калий хлористый по ГОСТ 4234

Барий хлористый по ГОСТ 4108.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрацией 0,1 моль/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Магний хлорнокислый безводный (ангидрон).

Вода дистиллированная.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Прибор подготавливают к работе в соответствии с инструкцией, проверяют герметичность установки.

Для удаления следов двуокиси серы перед началом работы через установку пропускают ток кислорода и прокаливают фарфоровую трубку до получения минимального постоянного показания прибора. Затем сжигают при температуре 1250—1300 °С 2—3 навески плавня (пятиокись ванадия) в лодочке (без навески пробы). Среднее арифметическое значение полученных при этом показаний цифрового индикатора принимают за поправку контрольного опыта.

Для контроля правильности работы установки перед началом работы и через каждые 2—3 ч во время работы сжигают 2—3 навески стандартного образца.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пятиокиси ниобия массой 0,5 г помещают в предварительно прокаленную фарфоровую лодочку, засыпают сверху плавнем массой 0,4 г и смешивают, распределяя смесь ровным слоем по дну лодочки. Лодочку с навеской пятиокиси ниобия и плавнем помещают в наиболее нагретую часть трубки, которую быстро закрывают металлическим затвором, нажимают на кнопку «сброс», чем устанавливают индикаторное цифровое табло на «нуль». Навеску пятиокиси ниобия сжигают при температуре 1250—1300 °С. В процессе сгорания навески на цифровом табло идет непрерывный отсчет показаний. После остановки счета записывают результаты анализа, вычитая значение поправки контрольного опыта.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = a - a_1,$$

где a — показание цифрового табло прибора при сжигании анализируемой навески пятиокиси ниобия, %;

a_1 — среднее арифметическое значение показаний цифрового табло прибора, полученное в результате сжигания плавня при проведении контрольных опытов.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, выполненных на двух навесках.

5.2. Расхождения между двумя результатами параллельных определений и двумя результатами анализа (разность большего и меньшего) с вероятностью $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля серы, %	Допускаемое расхождение, %	
	двух результатов параллельных определений	двух результатов анализа
$5{,}0 \cdot 10^{-3}$	$1{,}4 \cdot 10^{-3}$	$0{,}9 \cdot 10^{-3}$
$1{,}0 \cdot 10^{-2}$	$0{,}2 \cdot 10^{-2}$	$0{,}1 \cdot 10^{-2}$
$3{,}0 \cdot 10^{-2}$	$0{,}4 \cdot 10^{-2}$	$0{,}2 \cdot 10^{-2}$
$1{,}0 \cdot 10^{-1}$	$0{,}1 \cdot 10^{-1}$	$0{,}1 \cdot 10^{-1}$

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

5.3. Контроль точности анализа проводят методом варьирования навесок. Для этого анализируют по две навески одной из анализируемых проб, отличающихся по массе в 1,5—2 раза. Анализ проводят по разд. 4 и 5.

Расхождения между результатами анализа, полученными из навесок разной массы, не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. А. Степанов, М. М. Муканов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 03.09.92 № 1095

3. Срок первой проверки — 1998
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4108—72	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 5583—78	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 16929—76	2
ГОСТ 18385.0—89	1

Редактор *В. М. Лысёнкина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. И. Кануркина*

Сдано в наб. 14.10.92 **Подп. в печ.** 27.11.92 **Усл. п. л** 0,5. **Усл. кр.-отт.** 0,5. **Уч.-изд. л.** 0,27. **Тир.** 194 **экз.**

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1578

gost.e-ecolog.ru