к ГОСТ 18184.2—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фтора

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Под наименованием стандарта	—	ОКСТУ 1709
По всему тексту стандарта	мл	$см^3$
	л	$дм^3$
	н.	моль/$дм^3$

(ИУС № 7 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222:546.16.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли фтора

Niobium pentoxide
Method for the determination of fluor content

ГОСТ 18184.2—79

Взамен
ГОСТ 18184.2—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 ИУС 7-85

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли фтора от 0,1 до 0,35%.

Метод основан на пирогидролитическом выделении фтора в виде кремнефтористоводородной кислоты и фотометрическом определении фтора по снижению интенсивности окраски раствора комплекса алюминия с арсеназо 1 в результате его разрушения фторионами.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

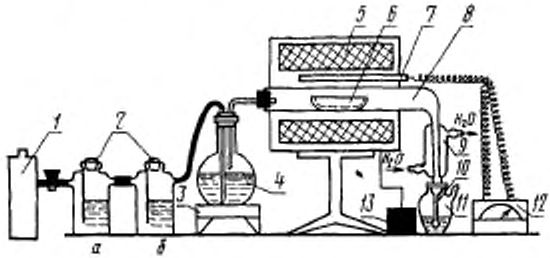
1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для пирогидролиза (см. чертеж), состоящая из следующих элементов:

электрической трубчатой печи типа СУОЛ—0,25.1/12—М1, длиной 250 мм с силитовыми стержнями, обеспечивающими нагрев до 1100°С, снабженной автотрансформатором типа РНО-250—5 для регулирования температуры печи, термопарой платина-платинородиевой ТПП-11 и милливольтметром по ГОСТ 8711—78; парообразователя (колба вместимостью 500 мл); кварцевой трубки с внутренним диаметром 27—28 мм, длиной 500 мм; отводной трубки, припаянной к кварцевой трубке, согнутой под прямым углом,

длиной 260 мм и диаметром 6 мм; конец отводной трубки снабжен барботером с отверстиями в 1 мм; холодильника длиной 100 мм и диаметром 15 мм, напаянного на отводную трубку; кварцевой колбы-приемника со шлифом и отводной трубкой (высота колбы 90 мм, вместимость 100 мл); системы поглотительных со-



1 — баллон с азотом; *2* — промывные склянки; *3* — электроплитка; *4* — парообразователь; *5* — трубчатая печь; *6* — кварцевая лодочка; *7* — термопара; *8* — кварцевая трубка; *9* — холодильник; *10* — отводная трубка с барботером; *11* — колба-приемник; *12* — милливольтметр; *13* — электротрансформатор

судов для очистки поступающего из баллона азота — промывных склянок, одна из которых заполнена 1%-ным раствором марганцовокислого калия в 5%-ном растворе гидроокиси натрия, другая - водой; кварцевой лодочки длиной 60 мм, шириной 20 мм, высотой 15 мм; баллона с газообразным азотом по ГОСТ 9293—74, технический; электроплитки мощностью 600 Вт.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, ч. д. а.

Колбы мерные вместимостью, 50, 100, 500 и 1000 мл.

Цилиндры мерные вместимостью 250 мл.

Пипетки стеклянные без делений вместимостью 5 и 10 мл.

Склянки из темного стекла вместимостью 1 л.

Банки полиэтиленовые вместимостью 1 л с крышками из полиэтилена.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., 0,025 н. и 5%-ный растворы.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., 1%-ный раствор

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., разбавленная 1 : 50 и 1 н. раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—77, ч. д. а., 1 н. раствор.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, ч. д. а.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, ч. д. а.; раствор, содержащий 1 мг алюминия в 1 мл, готовят следующим образом: 17,6 г алюмокалиевых квасцов растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Арсеназо I, 0,1%-ный водный раствор.

Раствор комплекса алюминия с арсеназо I; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 мл вводят пипеткой 10 мл раствора алюмокалиевых квасцов, 200 мл раствора арсеназо I, 50 мл 1 н. раствора соляной кислоты, 100 мл раствора уксуснокислого натрия и разбавляют водой до метки. Раствор хранят в склянке из темного стекла (годен для применения через сутки после его приготовления).

Основной раствор фтора; готовят следующим образом: 1 г фтористого аммония растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 мл и разбавляют водой до метки; 1 мл основного раствора содержит 1 мг фтора. Основной раствор хранят в полиэтиленовой банке;

10 мл основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А; 1 мл раствора А содержит 0,01 мг фтора. Раствор А хранят в полиэтиленовой банке.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы: в мерные колбы вместимостью 50 мл вводят 1; 2; 3; 4; 5 мл раствора А, добавляют по 10 мл раствора комплекса алюминия с арсеназо I, доводят водой до метки и перемешивают. Полученные образцовые растворы содержат 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг фтора соответственно.

Одновременно в такой же колбе готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме раствора А.

Через 10—15 мин после приготовления измеряют оптическую плотность образцовых растворов на фотоэлектроколориметре по отношению к раствору сравнения, в качестве которого используют контрольный раствор, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, пользуясь светофильтром № 7 при длине волны 580 нм.

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Воду нагревают в парообразователе до кипения, пропускают через него ток азота со скоростью 2—3 пузырька в секунду. В приемник наливают 10 мл 0,025 н. раствора гидроокиси натрия и нагревают печь до 400°С.

0,2 г пятиокиси ниобия смешивают в кварцевой лодочке с 0,3 г двуокиси кремния. Выключают печь, быстро вставляют лодочку в среднюю часть кварцевой трубки с помощью крючка из жаропрочной стали и тотчас же присоединяют парообразователь к печи. Вновь включают печь и повышают температуру до 1000°С. По достижении этой температуры процесс пирогидролиза продолжают в течение 15—20 мин, затем печь выключают. Полученный в приемнике раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и разбавляют водой до метки. Отбирают 5 мл полученного раствора в мерную колбу вместимостью 50 мл, нейтрализуют раствором соляной кислоты, разбавленной 1 : 50, по индикаторной бумаге конго красной до изменения окраски с красной на фиолетовую, добавляют 10 мл раствора комплекса алюминия с арсеназо 1, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к одновременно приготовленному контрольному раствору по п. 3.1.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу фтора в анализируемой пробе в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 – масса фтора, найденная по градуировочному графику, мг;

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 $P = 0{,}95$.

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. Из проб этой серии берут пробу, для которой

Массовая доля фтора, %	Допускаемые расхождения, %
0,1	0,02
0,2	0,04
0,35	0,07

найденная по разд. 3—5—массовая доля X_1, % — лежит в пределах от 0,1 до 0,35% и ближе всего к 0,1%, и по ранее найденным по градуировочному графику двум значениям массы фтора m в аликвотной части $V=5$ мл вычисляют среднее арифметическое значение $\overline{m}$.. От этой пробы берут три навески массой точно по m г, точно вычисляя численное значение m по формуле

$$m \approx \frac{0{,}02}{\overline{X}_{1,6}},$$

где $\overline{X}_{1,6}$ — число, безразмерная величина, численно равная массовой доле фтора X_1 % во взятой пробе. К этим навескам, помещенным в кварцевые лодочки, добавляют точно по 0,5 мл основного раствора фтора. Содержимое лодочек подсушивают на электрической плитке, анализируют, как указано выше, находят по градуировочному графику три значения массы фтора m мг, содержащейся в аликвотных частях соответствующих растворов объемом по $V=5$ мл, и вычисляют по этим значениям

среднее арифметическое значение $\overline{m}_2$ мг фтора.

Анализы серии проб правильны, когда разность

$$\overline{m}_2 - \overline{m}_1 \frac{m_6}{0{,}2},$$

(где m_6 — число, безразмерная величина, численно равная взятой навеске пробы m, г) не меньше 0,022 и не больше 0,028 мг фтора. Если это условие не выполняется, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число одинаковых навесок массой m, г до шести, и получая значение $\overline{m}_2$ мг, как среднее арифметическое из найденных шести значений m мг фтора. Разность

$$\overline{m}_2 - \overline{m}_1 \frac{m_6}{0{,}2},$$

не должна быть меньше 0,023 и больше 0,027 мг фтора.

Изменение № 1 ГОСТ 18184.2—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фтора

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. Второй абзац после слов «из баллона азота» дополнить словами:

(Продолжение см. с. 200)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.2—79)

«или аргона»; после слов «с газообразным азотом по ГОСТ 9293—74» дополнить словами: «или аргоном по ГОСТ 10157—79»;

подрисуночную подпись после слов «*1* — баллон с азотом» дополнить словами: «или аргоном»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Кремний (IV) оксид по ГОСТ 9428—73. ч. д. а.»;

заменить ссылку: ГОСТ 199—77 на ГОСТ 199—78.

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru