ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ

ГОСТ 12361—82

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15—194 : 546.882.06 : 006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения ниобия

Alloyed and high-alloyed steels.
Methods for determination of niobium

ГОСТ 12361—82

Взамен ГОСТ 12361—82, кроме общих указаний

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 сентября 1982 г. № 3863 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения ниобия при его массовой доле от 0,01 до 4,00 % с реагентом ПАН, сульфонитрофенолом С или сульфохлорфенолом С и от 0,01 до 8,00 % с реагентом ПАР.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С РЕАГЕНТОМ ПАН

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с реагентом ПАН и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 578 нм. Ниобий предварительно экстрагируют раствором N-бензиланилина в хлороформе.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Баня водяная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Ноябрь 1987 г.

© Издательство стандартов, 1988

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

N-бензиланилин, раствор в хлороформе с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Метанол по ГОСТ 6995—77.

ПАН (1-(2-пиридилазо)-2-нафтол), раствор в метаноле с массовой концентрацией 2 г/дм^3.

Ниобий марки НБ1, НБ2, НБ3 по ГОСТ 16099—80, марки НБШ00, НБШ0, НБШ1 по ГОСТ 16100—79 или ниобия пятиокись особой чистоты.

Стандартные растворы ниобия.

Раствор А: 0,125 г ниобия помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 фтористоводородной кислоты и 5 см^3 азотной кислоты, добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1) и дважды выпаривают до появления густых паров серной кислоты; или 0,1788 г пятиокиси ниобия сплавляют в платиновом тигле с 3 г пиросернокислого калия. После охлаждения к раствору или плаву добавляют небольшими порциями 125 см^3 раствора винной кислоты, 20 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1) и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,0005 г ниобия; годен к употреблению в течение 3 мес.

Раствор Б: 25 см^3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,00005 г ниобия.

Раствор В: 25 см^3 стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 5 см^3 раствора винной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,000005 г ниобия.

Сталь или искусственная смесь для проведения контрольного опыта, близкая по составу к анализируемому материалу, но не содержащая ниобия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой 0,25 г при массовой доле вольфрама до 5 % или 0,125 г при массовой доле вольфрама свыше 5 % помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 15 см^3 соляной

кислоты и 5 см³ азотной кислоты. Если сталь содержит до 0,5 % циркония при массовой доле ниобия до 0,1 %, добавляют 3 см³ ортофосфорной кислоты. К раствору добавляют 15 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана 2—3 см³ воды и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты. К охлажденному раствору добавляют 35 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), 20 см³ раствора винной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, приливают раствор серной кислоты (1 : 1) и раствор винной кислоты в соответствии с табл. 1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля ниобия, %	Вместимость мерной колбы, см³	Объем серной кислоты (1 : 1), см³	Объем раствора винной кислоты, см³	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г	
					для навески 0,25 г	для навески 0,125 г
От 0,01 до 0,10	100	—	—	25	0,0625	0,0312
Св. 0,10 до 1,0	250	75	30	25	0,0250	0,0125
Св. 1,0 до 4,0	500	200	80	10	0,0050	0,0025

Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 помещают в делительную воронку вместимостью 100 см³.

При массовой доле ниобия свыше 1,0% к аликвотной части раствора добавляют 7,5 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), 3 см³ раствора винной кислоты и 4,5 см³ воды

Добавляют 10 см³ раствора N-бензиланилина в хлороформе и содержимое делительной воронки встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз хлороформный экстракт переводят во вторую делительную воронку вместимостью 100 см³. Экстракцию повторяют дважды с 5 см³ раствора N-бензиланилина в хлороформе. Хлороформные экстракты собирают во вторую делительную воронку, добавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1 : 3) и встряхивают 2 мин. После разделения фаз хлороформный экстракт фильтруют через слой ваты в мерную колбу вместимостью 50 см³. Раствор серной кислоты во второй делительной воронке встряхивают дважды по 2 мин с 5 см³ раствора N-бензиланилина в хлороформе. После разделения фаз хлороформные экстракты присоединяют к основному экстракту в мерной колбе, добавляют 3 см³ раствора ПАН, добавляют 35 см³ метанола, перемешивают и нагревают на водяной бане с термостатом 20 мин при температуре (50±2) °С. Раствор охлаждают до 20°С, доливают метано-

лом до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 578 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Содержание ниобия находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В восемь делительных воронок вместимостью 100 см^3 наливают по 10 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), по 5 см^3 раствора винной кислоты и в семь из них 0,6 (при навеске пробы 0,125 г) 1,0; 2,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора В и 1,0; 3,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б. К растворам добавляют воды до 25 см^3, по 10 см^3 раствора N-бензиланилина в хлороформе и содержимое делительных воронок встряхивают 2 мин. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1. Оптическую плотность раствора измеряют относительно раствора, не содержащего ниобия.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им массовым долям ниобия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю ниобия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса ниобия в аликвотной части анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ниобия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,02	0,007
Св. 0,02 » 0,05	0,01
» 0,05 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,2	0,03
» 0,2 » 0,5	0,05
» 0,5 » 1,0	0,07
» 1,0 » 2,0	0,10
» 2,0 » 4,0	0,15
» 4,0 » 8,0	0,30

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С СУЛЬФОХЛОРФЕНОЛОМ С ИЛИ СУЛЬФОНИТРОФЕНОЛОМ С

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с сульфохлорфенолом С или с сульфонитрофенолом С в среде соляной кислоты с молярной концентрацией 1—3 моль/дм^3 и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 650 или 640 нм соответственно. При массовой доле ниобия до 0,1 % влияние железа устраняют восстановлением его аскорбиновой кислотой или гидроксиламином. Влияние циркония устраняют связыванием его в комплекс трилоном Б.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Баня водяная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1 : 1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3 или гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Сульфохлорфенол С (2,7-бис (азо-2-окси-3 сульфо-5-хлорбензол)-1,8 диоксинафталин-3,6-дисульфоновая кислота), раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3 или сульфонитрофенол С (2,7-бис (азо-2-окси-3 — сульфо-5 — нитробензол)-1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфоновая кислота), раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3; годен к употреблению в течение 3 мес.

Ниобий марки НБ1, НБ2, НБ3 по ГОСТ 16099—80; марки НБШ00, НБШ0, НБШ1 по ГОСТ 16100—79 или ниобия пятиокись особой чистоты.

Стандартные растворы ниобия.

Раствор А: 0,1 г ниобия помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см^3 фтористоводородной кислоты и 5 см^3 азот-

ной кислоты, добавляют 15 см³ серной кислоты и дважды выпаривают до появления густых паров серной кислоты или 0,1431 г пятиокиси ниобия сплавляют в платиновом тигле с 3 г пиросернокислого калия. К охлажденному раствору или плаву добавляют небольшими порциями 100 см³ раствора винной кислоты, нагревают до растворения солей и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 400 см³ раствора винной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают; годен к употреблению в течение 3 мес.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г ниобия.

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ раствора винной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,00001 г ниобия.

Раствор В: 10 см³ стандартного раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ раствора винной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ стандартного раствора В содержит 0,000001 г ниобия.

Раствор Г: 0,1 г ниобия помещают в платиновую чашку и растворяют в 20 см³ фтористоводородной кислоты и 5 см³ азотной кислоты, добавляют 30 см³ серной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, обмывая стенки чашки раствором серной кислоты (1 : 1), добавляют 30 см³ воды, охлаждают, доливают раствором серной кислоты (1 : 1) до метки и перемешивают; годен к употреблению в течение 3 мес.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г ниобия.

Сталь или искусственная смесь для проведения контрольного опыта, не содержащая ниобия, отличающаяся от испытуемой стали по массовым долям: железа — не более чем на 20 %; никеля, кобальта, марганца — 10 %; хрома, титана, ванадия — 5 %; меди — 1 % в присутствии аскорбиновой кислоты и 5 % в других случаях; молибдена — 0,5 %, вольфрама — 2 %, циркония — 0,2 % при массовой доле ниобия до 0,1 % и 2 %, 5 % и 2 % соответственно при массовой доле ниобия свыше 0,1 %.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску массой в зависимости от массовой доли ниобия в соответствии с табл. 3 помещают в стакан вместимостью 150—250 см³ и растворяют в 30 см³ соляной кислоты, затем добавляют 2—3 см³ азотной кислоты и 1 см³ ортофосфорной кислоты и продолжают растворение.

К раствору добавляют 16 см³ раствора серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до появления паров, затем охлаждают, обмывают стенки стакана 2—3 см³ воды и повторяют выпаривание

до появления паров серной кислоты. После охлаждения к раствору добавляют 1—2 см³ воды, 15 см³ раствора винной кислоты и нагревают до растворения солей. Охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля ниобия, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см³	Масса навески в аликвотной части раствора, г
От 0,010 до 0,10	0,4	5	0,020
Св. 0,10 » 2,00	0,1	2	0,002
» 2,00 » 4,00	0,1	1	0,001

Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

При массовой доле ниобия более 0,10 % и отсутствии циркония в мерную колбу вместимостью 50 см³ приливают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 3, 2 см³ раствора сульфохлорфенола С или сульфонитрофенола С, 24 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки, перемешивают и нагревают в течение 5 мин на водяной бане при температуре 40—50°С. Раствор охлаждают на воздухе до тех пор, пока его уровень не установится на метке колбы. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 650 нм в случае применения сульфохлорфенола С или при длине волны 640 нм в случае применения сульфонитрофенола С. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Содержание ниобия находят по градуировочному графику.

3.3.2. При массовой доле ниобия до 0,1 % и отсутствии циркония к аликвотной части раствора приливают 4 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. По истечении 10 мин прибавляют 2 см³ раствора сульфохлорфенола С или сульфонитрофенола С, 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Вместо аскорбиновой кислоты допускается применять раствор солянокислого гидроксиламина. Для этого к аликвотной части раствора приливают 5 см³ воды, 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и нагревают на водяной бане до температуры 60—70°С, выдерживая раствор при этой температуре до его обесцвечивания. Раствор охлаждают на воздухе до комнатной температуры, приливают 2 см³ раствора сульфохлорфенола С или сульфонитрофенола С, 24 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. При наличии циркония анализ проводят в соответствии с п. 3.3.1 до получения фильтрата. Отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 3 в мерную колбу вместимостью 50 см³. Восстанавливают железо по п. 3.3.2, если массовая доля ниобия до 0,1 %. Добавляют 2 см³ раствора трилона Б, 20 или 24 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) в зависимости от применяемого восстановителя, 2 см³ раствора сульфохлорфенола С или сульфонитрофенола С, доливают водой до метки и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочных графиков*

3.3.4.1. Для сталей, с массовой долей молибдена до 0,5 % и до 2 % вольфрама при массовой доле ниобия до 0,1 % и для сталей, содержащих свыше 0,1 % ниобия, массу навески стали или искусственной смеси для контрольного опыта обрабатывают в соответствии с п. 3.3.1 до получения фильтрата. В десять мерных колб вместимостью 50 см³ приливают аликвотные части раствора в соответствии с табл. 3 и в девять из них 1,0 и 2,0 см³ стандартного раствора В и 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б. Раствор десятой колбы служит раствором сравнения. Далее поступают, как указано в пп. 3.3.1; 3.3.2 или 3.3.3. По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям ниобия строят градуировочный график.

3.3.4.2. Для сталей, с массовой долей молибдена свыше 0,5 % и свыше 2,0 % вольфрама при массовой доле ниобия до 0,1 %, в шесть стаканов вместимостью 150—250 см³ помещают навески массой 0,4 г стали или искусственной смеси для контрольного опыта. В пять стаканов приливают 0,4; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ стандартного раствора Г. Навеска шестого стакана служит для приготовления раствора сравнения. Навески растворяют в 30 см³ соляной кислоты, затем добавляют по 2—3 см³ азотной кислоты и по 1 см³ ортофосфорной кислоты и продолжают растворение. К растворам добавляют такое количество раствора серной кислоты (1 : 1), чтобы в сумме со стандартным раствором оно составило 16 см³. Далее поступают, как указано в пп. 3.3.2 или 3.3.3.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям ниобия строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

Обработка результатов — по п. 2.4.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С РЕАГЕНТОМ ПАР

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с реагентом ПАР и тартрат-ионами в среде

соляной кислоты с молярной концентрацией 0,75 моль/дм^3. Влияние сопутствующих элементов устраняют маскированием их трилоном Б. При массовой доле ниобия до 0,1 % его предварительно выделяют соосаждением с таннатом метилового фиолетового или кристаллического фиолетового в присутствии вольфрама.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77 или ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 25, 1 : 5, 1 : 2 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Смесь соляной и азотной кислот 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4145—74.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм^3.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78, раствор с массовой концентрацией 45 г/дм^3; годен к употреблению в течение 2 мес.

Раствор натрия сернокислого и аммония виннокислого: 2,6 г натрия сернокислого помещают в кварцевый стакан, приливают 2—3 см^3 серной кислоты и расплавляют. К охлажденному плаву добавляют 50 см^3 раствора виннокислого аммония и кипятят до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аскорбиновая кислота.

Таннин, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3; готовят перед употреблением.

Метиловый фиолетовый или кристаллический фиолетовый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

ПАР (4-(2-пиридил-азо)-резорцин), раствор с массовой концентрацией 0,2 г/дм^3; готовят перед употреблением.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 18,6 г/дм^3.

Ниобий марки НБ1, НБ2, НБ3 по ГОСТ 16099—80 или марки НБШ00, НБШ0, НБШ1 по ГОСТ 16100—79.

Стандартные растворы ниобия.

Раствор А: 0,1 г ниобия помещают в кварцевый стакан, прибавляют 2,5 г сернокислого натрия, 2—3 см^3 серной кислоты и сплавляют в муфеле при 700—800°С до образования прозрачного плава и удаления паров серной кислоты. Плав охлаждают, растворяют при нагревании в 50 см^3 раствора виннокислого аммония, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, приливают 450 см^3 раствора виннокислого аммония, доливают водой до

метки и перемешивают; годен к употреблению в течение 3 мес.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г ниобия.

Раствор Б: 20 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,00002 г ниобия.

Сталь или смесь искусственная для контрольного опыта, не содержащая ниобия, отличающаяся от испытуемой стали по массовым долям: меди — не более чем на 0,5 %, хрома — 5 %, кобальта — 10 %.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. При массовой доле ниобия свыше 0,1 % навеску 0,1 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 5—20 см³ соляной кислоты, через 20—30 мин добавляют 1—3 см³ азотной кислоты и продолжают растворение. Раствор выпаривают досуха. Остаток в том же стакане сплавляют при 700—800°С с 2,6 г сернокислого натрия и 2—3 см³ серной кислоты. К охлажденному плаву добавляют 50 см³ раствора виннокислого аммония и умеренно нагревают до растворения солей. После растворения солей охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 4 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют раствор натрия сернокислого и аммония виннокислого в соответствии с табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля ниобия, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем раствора натрия сернокислого и аммония виннокислого, см³	Масса навески в аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,10	10	—	0,100
Св. 0,10 » 1,00	10	—	0,010
» 1,00 » 2,00	5	5	0,005
» 2,00 » 4,00	2	8	0,002
» 4,00 » 8,00	1	9	0,001

Приливают 20 см³ раствора соляной кислоты (1 : 5), 1 см³ раствора трилона Б, 5 см³ раствора ПАР, доливают водой до метки и перемешивают. Через 60 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 536 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массовую долю ниобия находят по градуировочному графику.

4.3.2. При массовой доле ниобия до 0,1 % навески массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400—500 см³. В отсутствие в сталях вольфрама или при его массовой доле до 5,0 % к навес-

ке добавляют 2 см³ раствора натрия вольфрамовокислого. Навеску растворяют в 40 см³ смеси соляной и азотной кислот (1 : 3). Раствор упаривают до объема 5 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты (1 : 2) и растворяют соли при нагревании. Раствор разбавляют водой до 180—190 см³, прибавляют 0,2 г аскорбиновой кислоты, 2 г хлористого аммония и нагревают до кипения. Прибавляют 30 см³ раствора метилового фиолетового или кристаллического фиолетового, затем постепенно при перемешивании приливают 20 см³ раствора таннина, кипятят в течение 2—3 ч, поддерживая постоянный объем. Прибавляют немного бумажной массы, 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) и оставляют на ночь. Через 12 ч осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр и промывают 5—6 раз холодным раствором соляной кислоты (1 : 25). Осадок помещают в кварцевый стакан, озоляют, прокаливают при 700—800°С и сплавляют с 2,6 г сернокислого натрия и 2—3 см³ серной кислоты. Далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

Массу навески стали или искусственной смеси для контрольного опыта обрабатывают в соответствии с п. 4.3.1 или 4.3.2 до получения раствора в мерной колбе вместимостью 100 см³. В одиннадцать мерных колб вместимостью 50 см³ приливают аликвотные части раствора в соответствии с табл. 4 и в десять из них 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б. Раствор одиннадцатой колбы служит раствором сравнения.

Далее поступают, как указано в п. 4.3.1. По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям ниобия строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Обработка результатов — по п. 2.4.

Изменение № 1 ГОСТ 12361—82 Стали легированные и высоколегированные. Методы определения ниобия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 314

Дата введения 01.08.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809.

Пункты 2.2, 3.2, 4.2. Заменить ссылку: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84.

Пункт 2.4.2 (кроме табл. 2) изложить в новой редакции: «2.4.2. Абсолютные расхождения между результатами трех параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2».

Пункт 3.2. Первый абзац. Исключить слова: «со всеми принадлежностями»; исключить ссылку: «по ГОСТ 4815—76»;

заменить слова: «гидроксиламин солянокислый» на «гидроксиламин гидрохлорида».

Пункт 3.3.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Навеску массой в зависимости от массовой доли ниобия в соответствии с табл. 3 помещают в стакан вместимостью 150—250 см³ или в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 15—30 см³ соляной кислоты, затем добавляют 2—3 см³ азотной кислоты и 1 см³ ортофосфорной кислоты и продолжают растворение»;

таблица 3. Заменить слова: «Масса навески в аликвотной части раствора, г» на «Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г».

Пункт 3.3.4.2. Второй абзац. Заменить слова: «содержаниям ниобия» на «массовым долям ниобия».

Пункт 4.2. Заменить ссылки и слова. ГОСТ 4145—74 на ГОСТ 4166—76, ГОСТ 4951—77 на ГОСТ 4951—79, «в муфеле» на «в муфельной печи».

Пункт 4.3.1. Таблица 4. Заменить слова: «Масса навески в аликвотной части раствора, г» на «Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г».

Пункт 4.3.2 после слов «до 0,1 %» заменить слово: «навески» на «навеску пробы».

Пункт 4.3.3. Третий абзац. Заменить слова: «содержаниям ниобия» на «массовым долям ниобия».

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 5 1988 г.)