ГОСТ Р 50233.4—92

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ТИТАНА, КРЕМНИЯ, ЖЕЛЕЗА, НИКЕЛЯ, АЛЮМИНИЯ, МАГНИЯ, МАРГАНЦА, КОБАЛЬТА, ХРОМА, СВИНЦА И ЦИРКОНИЯ

Издание официальное

36 руб. БЗ 5—92/562

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222.543.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Атомно-эмиссионный метод определения массовой доли титана, кремния, железа, никеля, алюминия, магния, марганца, кобальта, хрома, свинца и циркония

ГОСТ Р 50233.4—92

Niobium pentoxide. Atomic-emission method for determination of titanium, silicon, iron, nickel, aluminiuh, magnesium manganse, cobalt, chromium, lead and zirconium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает атомно-эмиссионный метод определения массовой доли титана, кремния, железа, никеля, алюминия, магния, марганца, кобальта, хрома, свинца и циркония.

Метод основан на измерении интенсивности линий элементов примесей в спектре, полученном при испарении пятиокиси ниобия в смеси с графитовым порошком и хлористым натрием из кратера графитового электрода в дуге постоянного тока.

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

титана	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-2}$;
кремния	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $1 \cdot 10^{-2}$;
железа	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $3 \cdot 10^{-2}$;
никеля	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $2 \cdot 10^{-2}$;
алюминия	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-2}$;
магния	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $5 \cdot 10^{-3}$;
марганца	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $2 \cdot 10^{-3}$;
кобальта	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $3 \cdot 10^{-2}$;
хрома	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $3 \cdot 10^{-2}$;
свинца	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $3 \cdot 10^{-2}$;
циркония	от $3 \cdot 10^{-3}$	до $2 \cdot 10^{-2}$.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

Издание официальное

Издательство стандартов, 1992

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

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

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

Выпрямитель 250—300 В, 30—50 А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или аналогичный.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Весы технические типа ВНЗ.

Ступки и пестики из органического стекла.

Бокс из органического стекла

Лампа инфракрасная ИКЗ-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или аналогичная.

Пленка полиэтиленовая.

Вата медицинская компрессная или гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Калька бумажная по ГОСТ 892.

Печь муфельная типа СНОЛ с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900°С.

Тигли фарфоровые.

Пластинки фотографические спектрографические типа ПФС-02 и ПФС-03 производства ППО «Славич», размером 9×12 или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий и фона в спектре.

Станок для заточки графитовых электродов.

Угли графитовые ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм.

Электроды графитовые, выточенные из графитовых стержней ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм.

Электроды графитовые, выточенные из графитовых стержней ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм, с кратером глубиной 2 мм, внешним диаметром 4,4 мм, внутренним диаметром 2,5 мм, длиной заточенной части 10 мм.

Очистке обжигом подвергают каждую пару электродов непосредственно перед анализом (электрод, заточенный на конус — катод, электрод с каналом — анод).

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Алюминия окись безводная для спектрального анализа.

Железа окись.

Кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428, ч.д.а.
Никеля окись черная по ГОСТ 4331, ч.
Титана двуокись, х.ч.
Магния окись по ГОСТ 4526, ч.д.а.
Марганец двуокись безводная, ос.ч, 9—2.
Кобальта окись по ГОСТ 18671, ч.д.а.
Циркония двуокись спектрально чистая.
Хрома окись марки ОХМ-0 по ГОСТ 2912.
Свинца окись, ч.д.а.
Натрий хлористый, ос.ч., 6—1.
Ниобия пятиокись спектрально-чистая, проверенная на отсутствие примесей.
Эксикатор.
Государственный стандартный образец состава графитового порошка СПГ-27Пр ГСО 2820—83.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения

Основной образец сравнения, содержащий по 1% титана, кремния, железа, никеля, хрома, алюминия, магния, марганца, кобальта, циркония, свинца готовят механическим истиранием и перемешиванием пятиокиси ниобия с окислами соответствующих металлов.

Перед взятием навесок оксид кремния (IV) помещают в тигель, прокаливают в муфельной печи при температуре 700—800°С в течение 30 мин и охлаждают в эксикаторе.

Навески массой: 0,0167 г двуокиси титана, 0,0214 г двуокиси кремния, 0,0143 г окиси железа, 0,0141 г окиси никеля, 0,0146 г окиси хрома, 0.0189 г окиси алюминия, 0.0167 г оксида магния, 0,0158 г окиси марганца (IV) безводной, 0,0141 г окиси кобальта, 0,0108 г окиси свинца и 0,0135 двуокиси циркония помещают в ступку из органического стекла и добавляют 0,8291 г пятиокиси ниобия. Смесь тщательно перемешивают, добавляя спирт для поддержения смеси в кашицеобразном состоянии, в течение часа и высушивают под инфракрасной лампой. На 1 г смеси расходуется 4 $см^3$ спирта.

Последовательным разбавлением основного образца сравнения пятиокисью ниобия готовят серию образцов сравнения (ОС) с убывающей концентрацией определяемых элементов. Массовую долю каждой из определяемых примесей в ОС1—ОС10, в расчете на содержание металлов в пятиокиси ниобия, и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия и предыдущего образца приведены в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля каждой из определяемых примесей, %	Масса навески, г	
		пятиокиси ниобия	разбавляемого образца (в скобках обозначение)
ОС1	$1 \cdot 10^{-1}$	0,3984	0,3776 (осн. образец)
ОС2	$5 \cdot 10^{-2}$	1,7760	1,7760 (ОС1)
ОС3	$2 \cdot 10^{-2}$	2,3280	1,5520 (ОС2)
ОС4	$1 \cdot 10^{-2}$	1,8800	1,8800 (ОС3)
ОС5	$5 \cdot 10^{-3}$	1,7600	1,7600 (ОС4)
ОС6	$2 \cdot 10^{-3}$	2,2800	1,5200 (ОС5)
ОС7	$1 \cdot 10^{-3}$	1,8000	1,8000 (ОС6)
ОС8	$5 \cdot 10^{-4}$	1,6000	1,6000 (ОС7)
ОС9	$2 \cdot 10^{-4}$	1,8000	1,2000 (ОС8)
ОС10	$1 \cdot 10^{-4}$	1,0000	1,0000 (ОС9)

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками. При наличии определяемых элементов в основе вносят соответствующие поправки на их содержание в образцах сравнения.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Подготовку проб и образцов сравнения осуществляют в боксе. Навеску 100 мг пробы или образца сравнения тщательно растирают в ступке из органического стекла со 100 мг графита порошкового и 10 мг хлористого натрия в течение 5—7 мин.

Подготовленную пробу или образец сравнения набивают в кратеры трех графитовых электродов, предварительно обожженных в дуге постоянного тока при 7 А в течение 5 с.

Для заполнения электродов смесь высыпают на лист кальки и неоднократным погружением электрода плотно заполняют ею кратер. Количество материала, помещаемого в электрод, определяется размерами кратера, взвешивание не проводят. Электроды устанавливают в штатив в вертикальном положении. Верхним электродом служит графитовый стержень, заточенный на конус. Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 15 А. Во избежание выброса материала из кратера электродов включают ток при сомкнутых электродах с их последующим разведением, значение тока контролируется по проекции на промежуточной диафрагме. Время экспозиции 60 с. Расстояние между электродами 3 мм.

Спектры в области длин волн 300 нм фотографируют с помощью спектрографа ДФС-8 с решеткой 600 штрих/мм, используя трехлинзовую систему освещения щели. Ширина щели спектрографа 15 мкм. Промежуточную диафрагму подбирают таким об-

разом, чтобы обеспечить нормальные почернения аналитических линий и фона в спектре.

Для длинноволновой части спектра в кассету спектрографа помещают фотопластинку типа ПФС-02, для коротковолновой — типа ПФС-03. Линия разъема фотопластинок должна приходиться на длину волны 315 нм.

Спектр каждой пробы каждого образца сравнения регистрируют на фотопластинке по три раза. Экспонированные пластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде и сушат.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ (см. табл. 2) и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$. По трем параллельным значениям ΔS_1, ΔS_2 и ΔS_3, полученным по трем 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 $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, используя таблицы, приведенные в приложении к ГОСТ 13637.1. Используя значения $\lg C$ и $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, полученные для образцов сравнения, строят градуировочный график в координатах ($\lg C$, $\lg \frac{I_л}{I_ф}$), где C — массовая доля (%) определяемых примесей в в образцах сравнения. За результат анализа принимают массовую долю примеси, найденную по графику по значению $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ полученному для анализируемой пробы.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волн аналитических линий, нм	Определяемый элемент	Длина волн аналитических линий, нм
Титан	307,86	Магний	280,27
	323,45		277,83
Кремний	288,16	Марганец	280,11
Железо	296,69	Кобальт	304,40
	305,91	Хром	302,16
Никель	300,25	Свинец	283,3
Алюминий	308,21	Цирконий	339,2

5.2. Расхождения между тремя результатами параллельных определений (отношение наибольшего к наименьшему), а также двумя результатами анализа (отношение большего к меньшему) с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать значения, приведенные в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Титан	$5\cdot10^{-4}$	2,9	Марганец	$1\cdot10^{-4}$	2,4
	$1\cdot10^{-3}$	2,4		$1\cdot10^{-3}$	2,0
	$1\cdot10^{-2}$	2,4		$2\cdot10^{-3}$	2,0
Кремний	$1\cdot10^{-3}$	2,8	Кобальт	$1\cdot10^{-3}$	2,4
	$5\cdot10^{-3}$	2,8		$5\cdot10^{-3}$	2,0
	$1\cdot10^{-2}$	2,8		$3\cdot10^{-3}$	2,0
Железо	$1\cdot10^{-3}$	2,6	Хром	$1\cdot10^{-3}$	2,6
	$1\cdot10^{-2}$	2,6		$5\cdot10^{-3}$	2,4
	$3\cdot10^{-2}$	2,6		$3\cdot10^{-2}$	2,4
Никель	$5\cdot10^{-4}$	2,4	Свинец	$5\cdot10^{-4}$	2,0
	$5\cdot10^{-3}$	2,0		$5\cdot10^{-3}$	1,8
	$2\cdot10^{-2}$	2,0		$3\cdot10^{-2}$	1,8
Алюминий	$5\cdot10^{-4}$	2,6	Цирконий	$3\cdot10^{-3}$	2,6
	$3\cdot10^{-3}$	2,4		$1\cdot10^{-2}$	2,4
	$1\cdot10^{-2}$	2,4		$2\cdot10^{-2}$	2,4
Магний	$5\cdot10^{-4}$	2,8			
	$1\cdot10^{-3}$	2,6			
	$5\cdot10^{-3}$	2,4			

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

5.3. Контроль точности анализа проводят, используя государственный стандартный образец (ГСО) порошка графитового СПГ-27Пр ГСО 2820—83.

Для этого навеску 100 мг ГСО тщательно растирают в ступке из органического стекла со 100 мг основы (пятиокиси ниобия) и 10 мг хлористого натрия в течение 5—7 мин и проводят анализ согласно разд. 4 и п. 5.1.

Для каждой определяемой примеси анализ ГСО считается правильным, если отношение ($C_{ан}$) полученного анализа к аттестованному значению ($C_{ат}$) (если $C_{ан}>C_{ат}$) и отношение $C_{ат}$ к $C_{ан}$ (если $C_{ат}>C_{ан}$) не превышает корня квадратного из значения допускаемого расхождения, указанного в табл. 3 (для массовой доли определяемой примеси, соответствующей $C_{ат}$).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ:

   В. Г. Мискарьянц, Е. Ф. Маркова, Л. А. Никитина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 03.09.92 № 1098

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 892—89	2
ГОСТ 2820—73	2
ГОСТ 2912—79	2
ГОСТ 4331—78	2
ГОСТ 4526—75	2
ГОСТ 5556—81	2
ГОСТ 9428—73	2
ГОСТ 13637.1—77	5.1
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18385.0—89	1
ГОСТ 18671—73	2
ГОСТ 23463—79	2

Редактор *В. М. Лысенкина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 14.10.92 Подп. в печ. 18.11.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0.5 Уч.-изд. л. 0.53 Тир. 161

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6 Зак. 1581