ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ФОСФОРА

Издание официальное

22 руб. БЗ 5—92/651

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.888.222:546.18.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Люминесцентный метод определения массовой доли фосфора

Niobium pentoxide. Luminescent method for determination of phosphorus content

ГОСТ Р 50233.3—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает люминесцентный метод определения массовой доли фосфора в пятиокиси ниобия от 0,001 до 0,1%.

Метод основан на измерении в растворе интенсивности люминесценции продукта, полученного окислением тиамина фосфорномолибденовой гетерополикислотой. Массовую долю фосфора находят методом добавок.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофлуориметр MPF-4 фирмы «Хитачи» с ксеноновой лампой или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 800°С.

Плитка электрическая.

Тигли стеклоуглеродные, никелевые или иные, выдерживающие сплавление со щелочами при температуре 600—700°С, вместимостью около 40 см^3.

Стаканы кварцевые вместимостью 50 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., водный раствор концентрации 50 г/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х.ч., очищенный перекристаллизацией из спиртового раствора, водный раствор концентрации 0,001 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 10.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., разбавленная 1 : 100.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Раствор фосфора (основной), содержащий 1 мг/см^3: навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,439 г растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости. Раствор пригоден для использования в течение 12 мес.

Раствор фосфора (рабочий А), содержащий 0,1 мкг/см^3, готовят последовательным разбавлением основного раствора в 10000 раз. Раствор пригоден для использования в течение суток.

Раствор фосфора (рабочий Б), содержащий 0,01 мкг/см^3: 5 см^3 рабочего раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор пригоден для использования в течение суток.

Тиамина бромид (витамин B_1), фармакопейный раствор с концентрацией 0,06 г/дм^3. Хранят в холодильном шкафу, годен 1 мес.

Ацетон ос.ч 9—5.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, раствор концентрации 0,1 моль/дм^3.

Бумага универсальная индикаторная.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пробы

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в тигель из стеклоуглерода, добавляют 2 г гидроокиси натрия и сплавляют в муфельной печи при 600—700°С до получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают до комнатной температуры, приливают 25—30 см^3 раствора хлористого натрия и кипятят в течение 2—3 мин, перемешивая содержимое фторопластовой палочкой. Затем тигель с раствором охлаждают до комнатной температуры и фильтруют содержимое в кварцевые стаканы, используя бумажный фильтр «синяя лента».

Тигель и осадок на фильтре дважды промывают 10—15 см^3 раствора хлористого натрия. Фильтрат переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой, перемешивают и сразу отбирают аликвотную часть фильтрата объемом 5 см^3,

переводят ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50—60 см³, нейтрализуют соляной кислотой до pH 6—7, доводят до метки и перемешивают.

В три кварцевых стакана вместимостью 50 см³ вводят по 1 см³ раствора серной кислоты и по 2 см³ раствора пробы, затем в два стакана вводят раствор фосфора (рабочий) так, чтобы в одном из них количество фосфора было приблизительно равным, а в другом — превышающем в два раза предполагаемое содержание фосфора в пробе. В каждый стакан приливают по 0,5 см³ раствора молибдата аммония, 0,5 см³ раствора тиамина, 2 см³ ацетона, 2,5 см³ раствора натрия тетраборнокислого и воды до общего объема 10 см³.

После прибавления каждого из реактивов содержимое стаканов осторожно перемешивают вращательными движениями; pH растворов, подготовленных к измерению флуоресценции, должен быть 8—9 (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт на реактивы.

3.2. Возбуждение и регистрация спектров люминесценции

Подготовленные растворы поочередно заливают в кварцевую кювету вместимостью 1 см³, начиная с большей добавки. Кварцевую кювету помещают в кюветодержатель спектрофлуориметра MPF-4.

Спектр люминесценции возбуждают излучением ксеноновой лампы, используя длину волны линии $\lambda=375$ нм. Спектр люминесценции регистрируют в области 410—460 нм. $\lambda_{max}=430$ нм.

Режим регистрации: щели — 20/20, светофильтр — 350 нм.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(h_{пр}-h_к)\cdot m_1\cdot V_1\cdot V_2}{(h_с-h_{пр})\cdot m\cdot V_3\cdot V_4}\cdot 10$$

где $h_{пр}$ — высота пика полосы люминесценции для раствора пробы, мм;

$h_к$ — высота пика полосы люминесценции для раствора контрольного опыта, мм;

m_1 — масса добавки фосфора, мкг;

V_1 — вместимость мерной колбы первого раствора анализируемой пробы, см³;

V_2 — вместимость мерной колбы, взятой для разведения раствора анализируемой пробы, см³;

h_c — высота пика полосы люминесценции для раствора анализируемой пробы с добавкой, мм;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_3 — объем аликвотной части первого раствора анализируемой пробы, взятой для разведения, $см^3$;

V_4 — объем аликвотной части раствора пробы, взятой для измерения люминесценции, $см^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

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

Массовая доля фосфора, %	Допускаемое расхождение, %	
	двух результатов параллельных определений	двух результатов анализа
0,0010	0,0005	0,0007
0,005	0,002	0,003
0,010	0,003	0,004
0,020	0,004	0,006
0,060	0,007	0,010
0,100	0,014	0,020

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

4.3. Контроль точности анализа проводят методом добавок по ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Д. Штенке, А. В. Антонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 03.09.92 № 1097

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
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4199—76	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 18385.0—89	1
ГОСТ 25086—87	4.3

gost.e-ecolog.ru