Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения ниобия

ГОСТ 23862.27—79

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of niobium

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения ниобия (от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях, кроме церия и его двуокиси.

Метод основан на реакции ниобия с пиридилазорезорцином (ПАР) в тартратносолянокислой среде после предварительного гидролитического выделения ниобия таннином в присутствии желатины.

Содержание ниобия находят по градуировочному графику.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или аналогичный прибор.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 800 °С.

Плитка электрическая.

Стаканы вместимостью 250 $см^3$.

Тигли кварцевые.

Бюретка вместимостью 5 $см^3$.

Натрий сернокислый пиро по НТД, раствор с концентрацией 60 $г/дм^3$.

Аммоний виннокислый средний по НТД, растворы с концентрацией 100 и 20 $г/дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1 : 9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Таннин (светлый), растворы с концентрацией 100 и 5 $г/дм^3$ в 1 %-ной соляной кислоте.

Желатина, раствор с концентрацией 10 $г/дм^3$.

4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР) водный раствор с концентрацией 1,5 $г/дм^3$. 0,15 г препарата тщательно растирают стеклянной палочкой в стакане с 2 $см^3$ воды, разбавляют водой до 50 $см^3$, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят водой до метки, пригоден к употреблению в течение 1 мес.

Ниобия пятиокись чистотой не менее 99,5 %.

Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 $мг/см^3$ ниобия: 0,143 г пятиокиси ниобия сплавляют с 4 г пиросульфата натрия. Плав растворяют при нагревании в 40 $см^3$ раствора

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

виннокислого аммония (100 г/дм^3) с добавлением 10 см^3 аммиака (1 : 9). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 10 мкг/см^3 ниобия, готовят в день употребления разбавлением запасного раствора раствором виннокислого аммония (20 г/дм^3) в 100 раз.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемого металла массой 0,5—2 г (в зависимости от содержания ниобия) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 2—3 см^3 воды, 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и растворяют сначала на холоду, а по окончании бурной реакции умеренно нагревают до полного растворения металла. Навеску анализируемой окиси РЗМ, соответствующую 0,5—2 г металла, помещают в стакан и растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Полученный раствор разбавляют до 100 см^3 водой, добавляют 0,1 г борной кислоты, нагревают до 50 °С и при помешивании приливают 10 см^3 раствора таннина (100 г/дм^3); стакан накрывают часовым стеклом и кипятят раствор с течение 20 мин, поддерживая объем 110 см^3 добавлением воды. После охлаждения приливают 10 см^3 раствора желатины и раствор с осадком оставляют стоять не менее чем на 4—5 ч. Осадок фильтруют через фильтр (белая лента) и промывают холодным раствором таннина (5 г/дм^3). Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи при 800 °С, полученный осадок сплавляют с 2 г пиросернокислого натрия до получения однородного плава.

По охлаждении, плав выщелачивают 20 см^3 горячего раствора виннокислого аммония (100 г/дм^3) с добавлением 10 см^3 аммиака, разбавленного 1 : 9. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 15 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3; добавляют 4 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 2 см^3 раствора ПАР, доводят до метки водой и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max} \geq 540$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, по отношению к нулевому раствору. Массу ниобия находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вводят из микробюретки 0,20; 0,30; 0,50; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см^3 рабочего раствора ниобия (содержащего 10 мкг/см^3 ниобия), добавляют до 15 см^3 раствора виннокислого аммония (20 г/дм^3), 4 см^3 разбавленной соляной кислоты, 2 см^3 раствора ПАР, доводят до метки раствором пиросернокислого натрия и перемешивают. В одну из колб приливают все реактивы за исключением ниобия (нулевой раствор). Измерения проводят через 1 ч, как указано в п.3.1.

3.1—3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{1{,}5m} \cdot 10^{-3},$$

где m_1 — масса ниобия, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля ниобия, %	Допускаемое расхождение, %
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$

gost.e-ecolog.ru