УДК 669.294:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# НИОБИЙ

## Спектральный метод определения вольфрама и молибдена

Niobium. Spectral method for the determination of the tungsten, molybdenum

ГОСТ 18385.6—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения вольфрама и молибдена от 0,002 до 0,05%.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральных линий вольфрама и молибдена от их массовой доли в анализируемой пробе при возбуждении спектра в дуге постоянного тока.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18385.0.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом и трехлинзовым конденсором).

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 260 В и силу тока 20 А.

Печь муфельная.

Микрофотометр типа МФ-2 или аналогичного типа.

Чашки платиновые, кварцевые или алундовые.

Весы аналитические.

Весы торсионные.

*Приспособление для заточки графитовых электродов.*

Ступка и пестик ниобиевые или агатовые.

Ступка и пестик плексигласовые.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990



gost.e-ecolog.ru

Электроды графитовые марки ОСЧ 7—3 диаметром 6 мм с углублением диаметром 4 мм и глубиной 3 мм (нижние).

Электроды графитовые марки ОСЧ 7—3 диаметром 6 мм, заточенные на конус с площадкой диаметром 1 мм (верхние).

Пластинки фотографические 9×12 см тип II или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Серебро хлористое, х. ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, о. с. ч.

Вольфрама (VI) окись по ТУ 6—09—397.

*Молибдена трехокись по* ТУ 48—19—134, ч.

Ниобия пятиокись (спектрально-чистая).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Проявитель по ГОСТ 10691.1.

Фиксаж: навески серноватистокислого натрия массой 300 и 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773 растворяют в 700 и 200 $см^3$ воды соответственно, полученные растворы сливают и доводят общий объем до 1 $дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего 1% молибдена и 1% вольфрама (в расчете на массовую долю молибдена и вольфрама в смеси металлических ниобия, молибдена и вольфрама) на основе пятиокиси ниобия. Навески пятиокиси ниобия массой 2,8038 г, 0,0300 г окиси молибдена и 0,0252 г окиси вольфрама перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч (расход спирта на одну операцию 30 $см^3$). Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

3.2. Приготовление образцов сравнения (ОС)

Образцы сравнения готовят из основного образца сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия, не содержащей молибдена и вольфрама (чистоту основы для приготовления образцов сравнения контролируют спектральным методом (методом добавок)), перетиранием смеси в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч (расход спирта на одну операцию 30 $см^3$) и просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы. Массовая доля молибдена и вольфрама в образцах сравнения (в процентах) в расчете на содержание металла в смеси металлов (при массе смеси металлов 2 г) и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

3.3. Приготовление буферной смеси

Буферную смесь, содержащую 70% хлористого серебра и 30% сернокислого калия: перетирают в ступке навески указанных ве-

ществ. Полученную смесь хранят в плотно закрытой светонепроницаемой посуде.

Таблица 1

| Обозначение образца сравнения | Массовая доля каждой из примесей, % | Масса навески, г | |
|---|---|---|---|
| | | пятиокиси ниобия | разбавляемого образца |
| ОС1 | 0,05 | 2,7180 | 0,1430 (ООС) |
| ОС2 | 0,02 | 1,7163 | 1,1444 (ОС1) |
| ОС3 | 0,01 | 1,4305 | 1,4305 (ОС2) |
| ОС4 | 0,005 | 1,4305 | 1,4305 (ОС3) |
| ОС5 | 0,002 | 1,7166 | 1,1444 (ОС4) |

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску стружки ниобия массой 0,5 г промывают соляной кислотой в стеклянном стакане при нагревании. Кислоту сливают, промывают стружку дистиллированной водой и спиртом (расход спирта на одну операцию 3 см$^3$). Промытую стружку помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфеле до постоянной массы, постепенно повышая температуру до 800 °С. Из 1 г ниобия должно получиться 1,43 г пятиокиси ниобия. Полученную пятиокись тщательно перетирают, отбирают от нее навеску 200 мг и перетирают в плексигласовой ступке с навеской массой 100 мг буферной смеси. Подготовленный образец плотно набивают в углубления трех нижних электродов. Избыток материала, выступающий выше верхней кромки электрода, очищают шпателем. Электрод с образцом устанавливают в электрододержатель штатива и между этим и верхним электродом зажигают дугу постоянного тока, при этом поддерживают ток дуги равный (15±0,5) А, межэлектродное расстояние должно быть 3 мм, экспозиция — 30 с.

Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра 430 нм оказался в середине спектрограммы.

Те же операции, за исключением перевода в пятиокись, выполняют с каждым из образцов сравнения.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитических линий молибдена или вольфрама ($S_{л+ф}$) и фона рядом с линией ($S_ф$) и вычисляют разность почернений ($\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$). По трем значениям $\Delta S_1$, $\Delta S_2$, $\Delta S_3$, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение ($\Delta S$).

Аналитические линии и области спектра для измерения фона приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Определяемый элемент | Диапазон определяемых концентраций, % | Аналитическая линия, длина волны, нм | Фон спектра, область длин волн, нм |
|---|---|---|---|
| Молибден | 0,002—0,01 | 429,32 | >429,32 |
| Молибден | 0,01—0,05 | 426,93 | >426,93 |
| Вольфрам | 0,002—0,01 | 429,46 | <429,46 |
| Вольфрам | 0,01—0,05 | 426,94 | <426,94 |

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\lg C - \Delta\overline{S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли молибдена или вольфрама в образце сравнения. Массовую долю молибдена или вольфрама в образце находят по результатам фотометрирования трех спектров при помощи градуировочного графика.

Разность наибольшего и наименьшего из результатов трех параллельных определений не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

| Определяемый элемент | Массовая доля, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|---|---|---|
| Молибден | 0,002 | 0,001 |
| | 0,010 | 0,004 |
| | 0,050 | 0,015 |
| Вольфрам | 0,002 | 0,001 |
| | 0,010 | 0,004 |
| | 0,050 | 0,015 |

Если в спектрах основы образцов сравнения имеется слабая линия определяемого элемента, то при построении градуировочного графика вносят поправку на значение массовой доли определяемого элемента в основе. Внесение поправки допустимо лишь при условии, что это значение не превышает установленного для метода нижнего предела определения.

5.2. Проверка правильности результатов

Один из анализируемых образцов проверяемой серии переводят в пятиокись (см. разд. 4). К навеске пятиокиси ниобия массой 0,5 г добавляют навеску массой 0,5 г второго образца сравнения (для первоначально найденной массовой доли молибдена

или вольфрама в анализируемом образце, равной 0,01 % или меньшей) или навеску массой 0,5 г первого образца сравнения для массовой доли молибдена в анализируемом образце 0,01—0,03 %. Смесь тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта (расход спирта на одну операцию 3 $см^3$), высушивают под инфракрасной лампой и анализируют по разд. 4, 5.

Анализы правильны, если для первой смеси образца и добавки, за вычетом половины первоначально найденной массовой доли в образце, получено $(0{,}010 \pm 0{,}003)$ %, а для второй смеси $(0{,}025 \pm 0{,}005)$ % молибдена или вольфрама.

Если результаты выходят за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализов повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. Полученные средние значения должны быть: для первой смеси $(0{,}01 \pm 0{,}002)$ %, для второй смеси $(0{,}025 \pm 0{,}004)$ %.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

   **РАЗРАБОТЧИКИ**

   **А. В. Елютин, Л. Н. Филимонов, А. А. Никитина, В. Г. Мискарьянц, Э. С. Блинова, А. С. Терехова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.12.89 № 3644**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3773—72 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4145—74 | Разд. 2 |
| ГОСТ 10691.1—84 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18300—87 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18385.0—79 | 1.1 |
| ТУ 6—09—397—75 | Разд 2 |
| ТУ 48—19—134—85 | Разд 2 |

gost.e-ecolog.ru