ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

НИОБИЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 18385.0—89,
ГОСТ 18385.5-89—ГОСТ 18385.7-89

Издание официальное

5 коп. БЗ 9—89/720—723

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.294:543.06.006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЙ

Общие требования к методам анализа

Niobium. General requirements for methods of analysis

ГОСТ 18385.0—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа ниобия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

1.2. Для взвешивания навесок используют аналитические лабораторные весы по ГОСТ 24104, торсионные весы по ГОСТ 13718, технические весы по нормативно-технической документации.

1.3. Навески анализируемых проб и материала, используемого для приготовления образцов сравнения и стандартных растворов, взвешивают на аналитических весах (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Навески анализируемых проб в ходе атомно-абсорбционного и спектрального анализа взвешивают на аналитических весах или торсионных весах (результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака).

Навески реактивов для приготовления проявителя и фиксажа, а также плавней взвешивают на технических весах (результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1990

1.4. Для прокаливания и сплавления применяют муфельные лабораторные электропечи МП-2УМ, ПМ-8 или аналогичные, обеспечивающие температуру нагрева до 1000 °С.

1.5. Для нагревания применяют электрическую плитку с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или аналогичную.

1.6. Для проведения анализа используют мерную посуду не ниже второго класса точности по ГОСТ 20292 (бюретки, пипетки, цилиндры, мензурки, колбы), а также стеклянную посуду по ГОСТ 25336 (стаканы, конические колбы, конические воронки и др.), фарфоровую посуду и оборудование по ГОСТ 9147 (тигли и др.), посуду из прозрачного кварца по ГОСТ 19908 (тигли, колбы и др.), платиновые чашки по ГОСТ 6563.

1.7. Для приготовления растворов и проведения анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, деионизованную воду и реактивы квалификации не ниже ч. д. а., если не указана иная квалификация.

1.8. Допускается применение другой аппаратуры, материалов, посуды и реактивов, при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в стандартах на соответствующие методы анализа.

1.9. В выражении «разбавленная 1 : 1, 1 : 2 и т. д.» первые цифры обозначают объемные части концентрированной кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

1.10. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение допускаемого расхождения.

1.11. При приготовлении растворов и проведении анализа после каждого добавления реактива раствор перемешивают.

1.12. Допускается приготовление образцов сравнения для спектрального анализа с использованием других количеств смешиваемых веществ при сохранении значений массовых долей, указанных в соответствующих стандартах.

1.13. При фотометрических и экстракционно-фотометрических определениях строят градуировочные графики, на оси абсцисс которых откладывают массу определяемого элемента в микрограммах, а на оси ординат — усредненные значения оптических плотностей соответствующих им растворов, которые находят, проводя процедуру приготовления растворов для построения градуировочного графика и измерения их оптических плотностей не менее трех раз.

При построении градуировочного графика и проведении анализа используют одни и те же реактивы и растворы. Одновременно с проведением анализа проб проверяют градуировочный график, повторяя процедуру его построения.

Способ и условия построения градуировочного графика указаны в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.14. При фотометрических определениях допускается пользоваться градуировочными факторами, если предварительно установлено, что для данных конкретных условий анализа (данного метода, данной аппаратуры и данного интервала массовых долей) градуировочный график прямолинеен во всем рабочем интервале концентраций.

Для каждого определяемого элемента градуировочный фактор (F) определяют по нескольким (не менее трех) стандартным фотометрируемым растворам. Масса определяемого элемента в объеме стандартного фотометрируемого раствора должна быть равна массе определяемого элемента в объеме анализируемого фотометрируемого раствора или превышать ее не более чем в 1,2 раза, или быть меньше ее не более чем в 1,2 раза.

Градуировочный фактор (F_i) для каждого стандартного фотометрируемого раствора определяемого элемента вычисляют по формуле

$$F_i = \frac{m_i}{A_i},$$

где m_i — масса определяемого элемента в i-м стандартном фотометрируемом растворе, мкг;

A_i — оптическая плотность i-го раствора с массой определяемого элемента m_i.

По всем полученным значениям градуировочного фактора F_i находят среднее арифметическое значение ($\overline{F}$)

$$\overline{F} = \frac{1}{K} \sum_{i=1}^{K} F_i,$$

где K — число стандартных фотометрируемых растворов.

1.15. За окончательный результат для фотометрического и экстракционно-фотометрического анализов принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, каждое из которых выполнено из отдельной навески.

1.16. Условия получения градуировочных характеристик для спектрального и атомно-абсорбционного методов указаны в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.17. За окончательный результат для спектрального анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

1.18. В стандартах на методы анализа приведены (в виде таблиц) допускаемые расхождения для нескольких значений массовой доли определяемого элемента. Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовой доли определяемого элемента рассчитывают методом линейной интерполяции.

1.19. Анализ повторяют, если разность результатов параллельных определений превышает значение допускаемого расхождения.

1.20. Точность результатов анализа контролируют, используя стандартные образцы состава, в которых аттестованное значение массовой доли каждого из определяемых компонентов отличается от массовой доли того же компонента в анализируемой пробе не более чем в два раза.

Анализ выполняется правильно, если расхождение результата анализа и аттестованного значения не превышает $^2/_3$ значения допускаемого расхождения, приведенного в соответствующем стандарте.

Допускается использовать отраслевые стандартные образцы предприятий, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315.

При отсутствии стандартных образцов применяют способы контроля, указанные в соответствующих стандартах на методы анализа.

Допускается контролировать точность результатов сопоставлением с результатами, полученными другими (контрольными) методами.

Расхождения результатов анализа, полученных двумя методами, при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значения (d), вычисленного по формуле

$$d=0{,}71\sqrt{d_1^2+d_2^2},$$

где d_1 — допускаемое расхождение двух результатов анализа, полученных первым методом;

d_2 — допускаемое расхождение двух результатов анализа, полученных вторым методом.

1.21. Проверку точности анализа проводят в соответствии с требованиями, приведенными в методике не реже одного раза в месяц и не менее $N/20$ раз в месяц, где N — число проб данной марки ниобия, проанализированных за месяц с использованием одних и тех же реактивов, растворов, аппаратуры.

1.22. Допускается применение других аттестованных методов анализа, не уступающих по точности методам, указанным в данном стандарте.

При разногласиях в оценке качества ниобия определение проводят по методу, указанному в данном стандарте.

1.23. Определение кислорода, водорода, азота и углерода проводится по ГОСТ 22720.0 — ГОСТ 22720.4.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Ниобий и его соединения в воздухе рабочей зоны не образуют токсичных веществ и относятся к четвертому классу опасности.

2.2. Лабораторные помещения, в которых выполняется химическая обработка навесок ниобия, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021.

2.3. При использовании газов в баллонах должны соблюдаться требования безопасности в соответствии с правилами по устройству и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором СССР.

2.4. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

2.5. К работе в аналитической лаборатории должны допускаться лица, прошедшие инструктаж в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

А. В. Елютин, Ю. А. Карпов, Л. Н. Филимонов, 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. **ВЗАМЕН** ГОСТ 18385.0—79

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—78	1.20
ГОСТ 12.0.004—79	2.5
ГОСТ 12.1.004—85	2.4
ГОСТ 6563—75	1.6
ГОСТ 6709—72	1.7
ГОСТ 9147—80	1.6
ГОСТ 13718—68	1.2
ГОСТ 14919—83	1.5
ГОСТ 19908—80	1.6
ГОСТ 20292—74	1.6
ГОСТ 22720.0—77	1.24
ГОСТ 22720.1—77	1.24
ГОСТ 22720.3—77	1.24
ГОСТ 22720.4—77	1.24
ГОСТ 24104—88	1.1
ГОСТ 25336—82	1.6

gost.e-ecolog.ru