УДК 661.888.222:543.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли калия и натрия

Niobium pentoxide
Method for the determination of potassium and sodium content

ГОСТ 18184.7—79

Взамен
ГОСТ 18184.7—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1979 г. № 1695 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения массовой доли калия и натрия от 0,005 до 0,2% каждого.

Метод основан на фотоэлектрическом измерении интенсивностей резонансных линий калия и натрия, возбуждаемых в водородно-кислородном пламени.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр на основе спектрографа типа ИСП-51 с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1 или другой аналогичный прибор.

Потенциометр самопишущий типа КСП-4.

Фотоэлектронные умножители типов ФЭУ-22 и ФЭУ-17.

Стабилизатор высоковольтный типа БВ-2 или другой с аналогичными параметрами для питания ФЭУ.

Горелка—распылитель прямоточная.

Кислород газообразный по ГОСТ 5583—78, технический или медицинский.

Водород технический по ГОСТ 3022—70.

Весы аналитические.

Чашка платиновая.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 мл.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Пипетки стеклянные вместимостью 2 и 5 мл.

Пипетки полиэтиленовые вместимостью 10—15 мл.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная 1 : 1.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, х. ч., 3%-ный раствор.

Раствор ниобия, 0,15%-ный раствор; готовят следующим образом: 0,75 г чистого по определяемым примесям ниобия растворяют по п. 4.1, переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят до метки раствором щавелевокислого аммония.

Вода дистиллированная, очищенная на ионообменных колонках.

Основной раствор калия и натрия; готовят следующим образом: 0,191 г хлористого калия и 0,254 г хлористого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят объем раствора водой до метки. 1 мл основного раствора содержит по 0,1 мг калия и натрия.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Готовят образцовые растворы: в мерные колбы вместимостью 100 мл помещают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 6; 8; 10 мл основного раствора и доводят объем раствора в колбе до метки 0,15%-ным раствором ниобия. Массовые концентрации калия или натрия в полученных образцовых растворах равны 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,003; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010 мг/мл соответственно.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,2 г пятиокиси ниобия помещают в платиновую чашку, приливают 10 мл фтористоводородной кислоты, 4 мл раствора серной кислоты и растворяют при нагревании на песчаной бане. Фтористоводородную кислоту удаляют упариванием раствора до выделения густых паров серного ангидрида. В чашку приливают 2 мл раствора серной кислоты и вторично упаривают до выделения паров серного ангидрида. Остаток растворяют раствором щавелевокислого аммония. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки тем же раствором щавелевокислого аммония.

Одновремечно готовят контрольный раствор для определения калия и натрия, вносимого с реактивами. Для этого 10 мл фтористоводородной кислоты и 6 мл раствора серной кислоты упаривают в платиновой чашке до выделения густых паров серного ангидрида. Растворяют остаток раствором щавелевокислого аммо-

ния и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора до метки тем же раствором щавелевокислого аммония.

Калий определяют по линии К 766,49 нм с помощью фотоэлектронного умножителя ФЭУ-22. Отсчетный барабан ФЭП-1, связанный с поворотным столиком призмы ИСП-51, устанавливают на деление, соответствующее примерно 766 нм. Ширина входной щели ИСП-51 0,02 мм, выходной — 0,04 мм. Водородный редуктор открывают и устанавливают давление водорода около $1{,}5 \cdot 10^5$ Па (0,5 ати). Расход водорода должен составлять 0,8 м³/ч. Водород на выходе из горелки поджигают. Открывают кислородный редуктор и устанавливают давление кислорода, равным $(6—8) \cdot 10^5$ Па ($6 \div 8$ ати). Расход кислорода должен составлять около 0,3 м³/ч. Включают механизм развертки спектра при максимальной скорости (см. описание ФЭП-1) и потенциометр. К всасывающему капилляру распылителя поочередно подносят раствор анализируемой пробы и два образцовых раствора, один из которых содержит больше, а другой меньше калия, чем раствор анализируемой пробы.

Для определения содержания натрия фотоумножитель ФЭУ-22 в приставке ФЭП-1 заменяют на ФЭУ-17. Фотометрируют линию натрия 589,60 нм; для этого отсчетный барабан ФЭП-1 устанавливают на деление 589 нм и затем повторяют те же операции, как и при определении калия.

Одновременно с раствором анализируемой пробы и образцовыми растворами фотометрируют контрольный раствор в двух параллельных определениях. Высоту пика линии калия или натрия для контрольного раствора учитывают при расчете массовой доли калия и натрия в пробе.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовые доли калия или натрия (X) в процентах вычисляют, используя записи, полученные на диаграммной ленте потенциометра, по формуле

$$X = \frac{50 \cdot (C_2 - C_1) \cdot (h_п - h_к - h_1)}{(h_2 - h_1)} + 50C_1,$$

где C_1 — массовая концентрация калия или натрия в первом образцовом растворе, мг/мл;

C_2 — массовая концентрация калия или натрия во втором образцовом растворе, мг/мл;

h_1 — высота пика линии калия или натрия для первого образцового раствора, мм;

h_2 — высота пика линии калия или натрия для второго образцового раствора, мм;

$h_п$ — высота пика линии калия или натрия для раствора анализируемой пробы, мм;

$h_к$ — высота пика линии калия или натрия для контрольного раствора, мм.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами и результатами двух анализов не должны превышать величин, указанных в таблице, при доверительной вероятности $P=0,90$.

Элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %
Калий	0,005	0,002
	0,01	0,003
	0,02	0,005
	0,05	0,010
	0,10	0,020
	0,20	0,040
Натрий	0,005	0,002
	0,01	0,003
	0,02	0,005
	0,05	0,010
	0,10	0,020
	0,20	0,040

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. Из серии проанализированных проб выбирают такую пробу, в которой найденная массовая доля калия или натрия составляет 0,01%. От этой пробы берут три навески массой точно по 0,2 г и готовят их к анализу по разд. 4. Каждый полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 1 мл раствора, содержащего 0,02 мг/мл калия или натрия, объем раствора доводят водой до метки и анализируют, как указано выше. За результат анализа пробы с добавками калия или натрия принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, выполненных из отдельной навески.

Анализы серии проб правильны, когда разность между массовой долей калия или натрия, найденная для раствора анализируемой пробы с добавкой и массовой долей калия или натрия, найденной для раствора анализируемой пробы без добавки, не выходит за пределы $0,01 \pm 0,0030\%$. Если полученный результат выходит за указанные пределы, контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. Полученная разность должна быть в пределах $0,01 \pm 0,0025\%$.

Изменение № 1 ГОСТ 18184.7—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли калия и натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 759

Дата введения 01.11.90

Пункт 1.1. Заменить ссылку. ГОСТ 18184.0—79 на ГОСТ 18385.0—79.

(Продолжение см. с 206)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184 7—79)

Раздел 2. Восемнадцатый абзац исключить

Пункт 3 1 Заменить слова «0,15%-ным раствором ниобия» на «водой».

Пункт 4 1 Третий абзац Заменить значение (0,5 ати) на (1,5 ати)

(ИУС № 7 1990 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 18184.0—79 Ниобия пятиокись. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 18184.1—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фосфора 3

ГОСТ 18184.2—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли фтора 8

ГОСТ 18184.3—79 Ниобия пятиокись Метод определения массовой доли серы 13

ГОСТ 18184.4—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли пятиокиси тантала 18

ГОСТ 18184.5—79 Ниобия пятиокись. Методы определения массовой доли окисей алюминия, кальция и железа, двуокисей кремния и титана 23

ГОСТ 18184.6—79 Ниобия пятиокись. Спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана 34

ГОСТ 18184.7—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли калия и натрия 39

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в набор 08.06.79 **Подп.** в печ. 20.08.79 2,75 п. л 2,78 уч.-изд. л. Тир. **12000** Цена **15 коп.**

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256 Зак. 15

к ГОСТ 18184.7—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли калия и натрия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Под наименованием стандарта	—	ОКСТУ 1709
По всему тексту стандарта	мл	$см^3$
Раздел 2. Седьмой абзац	ГОСТ 3022—70	ГОСТ 3022—80

(ИУС № 7 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru