УДК 661.888.222:546.824—31.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана

Niobium pentoxide
Method for the determination of dioxide titanium content

ГОСТ 18184.6—79

Взамен
ГОСТ 18184.6—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 спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана от 0,005 до 0,03%.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии титана от содержания двуокиси титана в пробе пятиокиси ниобия при возбуждении спектра в дуге переменного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 1200 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом) или другой аналогичный прибор.

Генератор дуговой типа ДГ-2 с дополнительным реостатом.

Микрофотометр типа МФ-2 или другой аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или весы аналогичного типа.

Станок для заточки графитовых электродов.

Лампа инфракрасная ИЗК-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или регулятором аналогичного типа.

Ступка с пестиком ниобиевые.

Ступка с пестиком плексигласовые.

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4, диаметром 6 мм,

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

заточенные до диаметра 3 мм (длина заточки 7 мм) с углублением в заточенной части диаметром 2 мм и глубиной 4 мм (нижние).

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4, диаметром 6 мм, заточенные на конус с площадкой диаметром 3 мм (верхние).

Порошок графитовый марки ОС. Ч 7—4.

Фотопластинки спектрографические типа УФШ, размером 9×12 см или фотопластинки аналогичного типа, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Титана двуокись пигментная по ГОСТ 9808—75, х. ч.

Ниобия пятиокись спектрально-чистая.

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

Раствор азотнокислого кобальта; готовят следующим образом: 9,145 г азотнокислого кобальта по ГОСТ 4528—78, ч. д. а., растворяют в дистиллированной воде. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора азотнокислого кобальта содержит 0,029 г кобальта, что соответствует 0,0410 г окиси кобальта (Co_2O_3).

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Полиэтиленовые банки с крышками из полиэтилена.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—73.

Фиксаж; готовят следующим образом: 300 г серноватистокислого натрия по СТ СЭВ 223—75 и 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют в 700 и 200 мл воды соответственно, сливают полученные растворы вместе и доводят водой их общий объем до 1 л

Бокс из органического стекла для подготовки проб и образцов сравнения.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. *Приготовление образцов сравнения*

Основной образец пятиокиси ниобия, содержащий 2% двуокиси титана и 98% пятиокиси ниобия, готовят следующим образом: 0,040 г двуокиси титана и 1,960 г пятиокиси ниобия перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч, перетертую смесь сушат под инфракрасной лампой до постоянной массы. Основной образец хранят в полиэтиленовой банке с крышкой из полиэтилена.

Из основного образца готовят четыре образца сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия, не содержащей титана. Массовая доля двуокиси титана в образцах сравнения в процентах (в расчете на содержание двуокиси титана в смеси с

пятиокисью ниобия) и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца сравнения	Массовая доля двуокиси титана, %	Масса навесок, г	
		ниобия пятиокиси	разбавляемого образца (в скобках указано его обозначение)
ОС1	0,04	1,9600	0 0400 (ООС)
ОС2	0,02	1,0000	1,0000 (ОС1)
ОС3	0,01	1,0000	1,0000 (ОС2)
ОС4	0 005	1,2000	0,8000 (ОС3)

Каждую смесь перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и сушат под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полиэтилена.

3.2. *Приготовление буферной смеси*

Буферную смесь, состоящую из 89% графитового порошка, 10% хлористого натрия и 1% окиси кобальта (кобальт — элемент сравнения), готовят следующим образом: 4,4500 г графитового порошка и 0,5000 г хлористого натрия помещают в фарфоровую чашку и добавляют 1,23 мл раствора азотнокислого кобальта.

Смесь греют на плитке при 200—300°С до прекращения выделения окислов азота, перетирают в плексигласовой ступке в течение 1,5—2 ч и сушат под инфракрасной лампой.

Буферную смесь хранят в полиэтиленовой банке с крышкой из полиэтилена.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4 1. 0,05 г пятиокиси ниобия смешивают в течение 20 мин в плексигласовой ступке с 0,05 г буферной смеси. Подготовленную пробу плотно набивают в углубления шести графитовых электродов, предварительно обожженных в дуге переменного тока при 10±0,5 А в течение 5 с. Электроды попарно (верхний и нижний с пробой) устанавливают в электрододержатели штатива. Между электродами зажигают дугу переменого тока от генератора ДГ-2 и фотографируют спектры трех пар электродов с помощью спектрографа ДФС-8 с решеткой 1200 штр/мм, пользуясь трехлинзовой системой освещения щели. Ток дуги поддерживают 15±0,5 А, межэлектродное растояние 3 мм, экспозиция 60 с. Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра около 290 нм оказался в середине спектрограммы.

Те же операции выполняют с образцами сравнения, спектры которых фотографируют на ту же фотопластинку.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии титана $S_л$ и линии элемента сравнения (кобальта) $S_{ср}$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_л - S_{ср}$. По трем значениям ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение

$$\overline{\Delta S} = \frac{1}{3}(\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3).$$

В табл. 2 указаны используемая аналитическая линия титана и линия элемента сравнения кобальта.

Таблица 2

Определяемая примесь	Элемент	Аналитическая линия, длина волны, нм	Линия элемента сравнения, длина волны, нм
Двуокись титана	Титан	307,86	Кобальт 307,94

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочные графики в координатах $\lg C$ — $\overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли двуокиси титана в образце сравнения. Массовую долю двуокиси титана в пробе пятиокиси ниобия находят по результатам фотометрирования трех спектров пробы при помощи градуировочного графика.

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 табл. 3, при доверительной вероятности $P = 0{,}90$.

Таблица 3

Массовая доля двуокиси титана, %	Допускаемые расхождения, %	
	между наибольшим и наименьшим из результатов трех параллельных определений	между большим и меньшим из результатов двух анализов
0,005	0,003	0,002
0,01	0,004	0,003
0,02	0,008	0,005
0,03	0,012	0,008

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. Из серии проанализированных проб выбирают

такую пробу, в которой найденная массовая доля двуокиси титана составляет 0,01%.

К 0,75 г пробы добавляют 0,25 г первого образца сравнения ОС1 (см. п. 3.1). Смесь перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта, сушат под инфракрасной лампой до постоянной массы и анализируют, как указано выше.

Анализы серии проб правильны, когда в полученной смеси, за вычетом $^3/_4$ первоначально найденной массовой доли двуокиси титана в пробе, найдено $0{,}01 \pm 0{,}003\%$.

Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. В смеси пробы с добавкой, за вычетом $^3/_4$ первоначально найденной массовой доли двуокиси титана в пробе, должно быть найдено среднее значение в пределах $0{,}01 \pm 0{,}0025\%$.

5.3. Для проверки значения контрольного опыта 0,05 г пятиокиси ниобия перемешивают в течение 20 мин в плексигласовой ступке с 0,05 г буферной смеси, взятых из тех же партий пятиокиси ниобия и буферной смеси, которые использовались при приготовлении основного образца и образцов сравнения по пп. 3.1—3.2. Подготовленную пробу плотно набивают в углубления шести графитовых электродов, предварительно обожженных в дуге переменного тока при $10 \pm 0{,}5$ А в течение 5 с, и фотографируют спектры по разд. 4. В полученных спектрограммах фотометрированием находят почернения аналитической линии титана — 307,8 нм и фона спектрограммы рядом с этой линией. Разность почернений $S_{л+ф} - S_{ср}$ не должна превышать 0,02 единицы почернения.

Изменение № 1 ГОСТ 18184.6—79 Ниобия пятиокись. Спектральный метод определения массовой доли двуокиси титана

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.

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить слово: «плексигласовые» на «из органического стекла»;

семнадцатый абзац. Заменить значения: 0,029 г на 0,018 г; 0,0410 на 0,025 г;

восемнадцатый абзац исключить;

(Продолжение см. с. 204)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.6—79)

заменить ссылки: ГОСТ 9808—75 на ГОСТ 9808—84, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 10691.1—73 на ГОСТ 10691.1—84, СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86.

Пункт 3.1. Первый абзац дополнить словами: «Расход спирта на операцию — 20 $см^3$»;

таблица 1. Заменить значения: 1,2000 на 1,000; 0,8000 на 1,0000;

третий абзац дополнить словами: «Расход спирта на одну операцию — 20 $см^3$».

Пункт 3.2 Первый абзац. Заменить значение: 1,23 $см^3$ на 2 $см^3$.

Пункт 5.1. Третий абзац после слов «логарифм» дополнить словом: «величины».

Пункт 5.2 исключить.

(ИУС № 7 1990 г.)

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

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Под наименованием стандарта	—	ОКСТУ 1709
По всему тексту стандарта	мл	$см^3$
	л	$дм^3$

(ИУС № 7 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru