

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ**Метод определения ниобия**

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

ГОСТ
23862.27-79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения ниобия (от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$) в редкоземельных металлах и их оксидах, 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°C .

Плитка электрическая.

Стаканы вместимостью 250 мл.

Тигли кварцевые.

Бюретка вместимостью 5 мл.

Натрий серноокислый пирро по ГОСТ 18344—78, 6%-ный раствор.

Аммоний виннокислый средний по ГОСТ 4951—71, 10 и 2% -ные растворы.

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

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

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Танин (светлый), 10 и 0,5% -ные растворы в 1% -ной соляной кислоте.

Желатина, 1% -ный раствор.

4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР) 0,15% -ный водный раствор: 0,15 г препарата тщательно растирают стеклянной палочкой в стакане с 2 мл воды, разбавляют водой до 50 мл, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл 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/мл ниобия: 0,143 г пятиокиси ниобия сплавляют с 4 г пиросульфата натрия. Плав растворяют при нагревании в 40 мл 10% -ного раствора виннокислого аммония с добавлением 10 мл аммиака (1:9). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 10 мкг/мл ниобия, готовят в день употребления разбавлением запасного раствора 2% -ным раствором виннокислого аммония в 100 раз.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемого металла массой 0,5—2 г (в зависимости от содержания ниобия) помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 2—3 мл воды, 20 мл 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 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1.

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

По охлаждении, плав выщелачивают 20 мл 10%-ного горячего раствора виннокислого аммония с добавлением 10 мл аммиака, разбавленного 1:9. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 15 мл, помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл; добавляют 4 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 мл раствора ПАР, доводят до метки водой и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 540$ 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 мл вводят из микробюретки 0,20; 0,30; 0,50; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 мл рабочего раствора ниобия (содержащего 10 мкг/мл ниобия), добавляют до 15 мл 2%-ный раствор виннокислого аммония, 4 мл разбавленной соляной кислоты, 2 мл раствора ПАР, доводят до метки 6%-ным раствором пирросерноокислого 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.

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 и результатов двух анализов не должны превышать допустимых расхождений, указанных в таблице.

| Массовая доля ниобия, % | Допускаемые расхождения, % |
|-------------------------|----------------------------|
| $1 \cdot 10^{-3}$ | $5 \cdot 10^{-4}$ |
| $1 \cdot 10^{-2}$ | $5 \cdot 10^{-3}$ |