

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ФОСФОРА

Издание официальное

22 руб. БЗ 5—92/651

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ****Люминесцентный метод определения массовой доли фосфора**

Niobium pentoxide. Luminescent method for determination of phosphorus content

**ГОСТ Р
50233.3—92**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает люминесцентный метод определения массовой доли фосфора в пятиокиси ниобия от 0,001 до 0,1%.

Метод основан на измерениях в растворе интенсивности люминесценции продукта, полученного окислением тиамина фосфорно-жолтибденовой гетерополиоксидной кислотой. Массовую долю фосфора находят методом добавок.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофлуориметр МРФ-4 фирмы «Хитачи» с ксеноновой лампой или аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 800°C.

Плитка электрическая.

Тигли стеклоглеродные, никелевые или иные, выдерживающие сплавление со щелочами при температуре 600—700°C, вместимостью около 40 см³.

Стаканы кварцевые вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., водный раствор концентрации 50 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х.ч., очищенный перекристаллизацией из спиртового раствора, водный раствор концентрации 0,001 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:10.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., разбавленная 1:100.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Раствор фосфора (основной), содержащий 1 мг/см³: навеску однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,439 г растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости. Раствор пригоден для использования в течение 12 мес.

Раствор фосфора (рабочий А), содержащий 0,1 мкг/см³, готовят последовательным разбавлением основного раствора в 10000 раз. Раствор пригоден для использования в течение суток.

Раствор фосфора (рабочий Б), содержащий 0,01 мкг/см³: 5 см³ рабочего раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор пригоден для использования в течение суток.

Тиамин бромид (витамин В₁), фармакопейный раствор с концентрацией 0,06 г/дм³. Хранят в холодильном шкафу, годен 1 мес.

Ацетон ос.ч 9—5.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, раствор концентрации 0,1 моль/дм³.

Бумага универсальная индикаторная.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Растворение пробы

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в тигель из стеклоглукера, добавляют 2 г гидроокиси натрия и сплавляют в муфельной печи при 600—700°С до получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают до комнатной температуры, приливают 25—30 см³ раствора хлористого натрия и кипятят в течение 2—3 мин, перемешивая содержимое фторопластовой палочкой. Затем тигель с раствором охлаждают до комнатной температуры и фильтруют содержимое в кварцевые стаканы, используя бумажный фильтр «синяя лента».

Тигель и осадок на фильтре дважды промывают 10—15 см³ раствора хлористого натрия. Фильтрат переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, перемешивают и сразу отбирают аликвотную часть фильтрата объемом 5 см³,

переводят ее в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50—60 см³, нейтрализуют соляной кислотой до pH 6—7, доводят до метки и перемешивают.

В три кварцевых стакана вместимостью 50 см³ вводят по 1 см³ раствора серной кислоты и по 2 см³ раствора пробы, затем в два стакана вводят раствор фосфора (рабочий) так, чтобы в одном из них количество фосфора было приблизительно равным, а в другом — превышающем в два раза предполагаемое содержание фосфора в пробе. В каждый стакан приливают по 0,5 см³ раствора молибдата аммония, 0,5 см³ раствора тиаминна, 2 см³ ацетона, 2,5 см³ раствора натрия тетраборнокислого и воды до общего объема 10 см³.

После прибавления каждого из реактивов содержимое стаканов осторожно перемешивают вращательными движениями; pH растворов, подготовленных к измерению флуоресценции, должен быть 8—9 (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

Одновременно с анализом пробы проводят контрольный опыт на реактивы.

3.2. Возбуждение и регистрация спектров люминесценции

Подготовленные растворы поочередно заливают в кварцевую кювету вместимостью 1 см³, начиная с большей добавки. Кварцевую кювету помещают в кюветодержатель спектрофлуориметра МРФ-4.

Спектр люминесценции возбуждают излучением ксеноновой лампы, используя длину волны линии $\lambda = 375$ нм. Спектр люминесценции регистрируют в области 410—460 нм. $\lambda_{\max} = 430$ нм.

Режим регистрации: щели — 20/20, светофильтр — 350 нм.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(h_{\text{пр}} - h_{\text{к}}) \cdot m_1 \cdot V_1 \cdot V_2}{(h_{\text{с}} - h_{\text{пр}}) \cdot m \cdot V_3 \cdot V_4} \cdot 10$$

где $h_{\text{пр}}$ — высота пика полосы люминесценции для раствора пробы, мм;

$h_{\text{к}}$ — высота пика полосы люминесценции для раствора контрольного опыта, мм;

m_1 — масса добавки фосфора, мкг;

V_1 — вместимость мерной колбы первого раствора анализируемой пробы, см³;

V_2 — вместимость мерной колбы, взятой для разведения раствора анализируемой пробы, см³;

С. 4 ГОСТ Р 50233.3—92

h_c — высота пика полосы люминесценции для раствора анализируемой пробы с добавкой, мм;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_3 — объем аликвотной части первого раствора анализируемой пробы, взятой для разведения, см³;

V_4 — объем аликвотной части раствора пробы, взятой для измерения люминесценции, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождения между двумя результатами параллельных определений и двумя результатами анализа (разность большего и меньшего) с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля фосфора. % | Допускаемое расхождение. % | |
|--------------------------|---|--------------------------|
| | двух результатов параллельных определений | двух результатов анализа |
| 0,0010 | 0,0005 | 0,0007 |
| 0,005 | 0,002 | 0,003 |
| 0,010 | 0,003 | 0,004 |
| 0,020 | 0,004 | 0,006 |
| 0,060 | 0,007 | 0,010 |
| 0,100 | 0,014 | 0,020 |

Допускаемые расхождения промежуточных значений массовых долей фосфора рассчитывают методом линейной интерполяции.

4.3. Контроль точности анализа проводят методом добавок по ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным научно-исследовательским и проектным институтом редкометаллической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Д. Штенке, А. В. Антонов

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 03.09.92 № 1097

3. Срок первой проверки — 1998 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела |
|---|---------------|
| ГОСТ 1770—74 | 2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2 |
| ГОСТ 3765—78 | 2 |
| ГОСТ 4198—75 | 2 |
| ГОСТ 4199—76 | 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4233—77 | 2 |
| ГОСТ 4328—77 | 2 |
| ГОСТ 18385.0—89 | 1 |
| ГОСТ 25086—87 | 4 3 |