

## РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

## Метод определения ниобия

ГОСТ  
23862.27—79Rare-earth metals and their oxides.  
Method of determination of niobiumМКС 77.120.99  
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

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

Плитка электрическая.

Стаканы вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Тигли кварцевые.

Бюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Натрий сернокислый пиро по НТД, раствор с концентрацией 60 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний виннокислый средний по НТД, растворы с концентрацией 100 и 20 г/дм<sup>3</sup>.

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

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

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Таннин (светлый), растворы с концентрацией 100 и 5 г/дм<sup>3</sup> в 1 %-ной соляной кислоте.

Желатина, раствор с концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР) водный раствор с концентрацией 1,5 г/дм<sup>3</sup>. 0,15 г препарата тщательно растирают стеклянной палочкой в стакане с 2 см<sup>3</sup> воды, разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup> ниобия: 0,143 г пятиокиси ниобия сплавляют с 4 г пиросульфата натрия. Плав растворяют при нагревании в 40 см<sup>3</sup> раствора

виннокислого аммония ( $100 \text{ г/дм}^3$ ) с добавлением  $10 \text{ см}^3$  аммиака (1 : 9). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объем до метки водой и перемешивают.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий  $10 \text{ мкг/см}^3$  ниобия, готовят в день употребления разбавлением запасного раствора раствором виннокислого аммония ( $20 \text{ г/дм}^3$ ) в 100 раз.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемого металла массой  $0,5\text{--}2 \text{ г}$  (в зависимости от содержания ниобия) помещают в стакан вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $2\text{--}3 \text{ см}^3$  воды,  $20 \text{ см}^3$  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  $0,5\text{--}2 \text{ г}$  металла, помещают в стакан и растворяют при нагревании в  $20 \text{ см}^3$  соляной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Полученный раствор разбавляют до  $100 \text{ см}^3$  водой, добавляют  $0,1 \text{ г}$  борной кислоты, нагревают до  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  и при помешивании приливают  $10 \text{ см}^3$  раствора таннина ( $100 \text{ г/дм}^3$ ); стакан накрывают часовым стеклом и кипятят раствор с течение 20 мин, поддерживая объем  $110 \text{ см}^3$  добавлением воды. После охлаждения приливают  $10 \text{ см}^3$  раствора желатинаты и раствор с осадком оставляют стоять не менее чем на 4—5 ч. Осадок фильтруют через фильтр (белая лента) и промывают холодным раствором таннина ( $5 \text{ г/дм}^3$ ). Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи при  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ , полученный осадок сплавляют с  $2 \text{ г}$  пиросерникового натрия до получения однородного плава.

По охлаждении, плав выщелачивают  $20 \text{ см}^3$  горячего раствора виннокислого аммония ( $100 \text{ г/дм}^3$ ) с добавлением  $10 \text{ см}^3$  аммиака, разбавленного 1 : 9. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объем до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора  $15 \text{ см}^3$ , помещают в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$ ; добавляют  $4 \text{ см}^3$  соляной кислоты, разбавленной 1 : 1,  $2 \text{ см}^3$  раствора ПАР, доводят до метки водой и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\text{max}} \approx 540 \text{ нм}$  в кювете с толщиной поглощающего свет слоя  $50 \text{ мм}$ , по отношению к нулевому раствору. Массу ниобия находят по градуировочному графику.

#### 3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью  $25 \text{ см}^3$  вводят из микробюретки  $0,20; 0,30; 0,50; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 \text{ см}^3$  рабочего раствора ниобия (содержащего  $10 \text{ мкг/см}^3$  ниобия), добавляют до  $15 \text{ см}^3$  раствора виннокислого аммония ( $20 \text{ г/дм}^3$ ),  $4 \text{ см}^3$  разбавленной соляной кислоты,  $2 \text{ см}^3$  раствора ПАР, доводят до метки раствором пиросерникового 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.

3.1—3.2. (Измененная редакция, Изм. № 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 или результатов двух анализов не должны превышать значений допустимых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля ниобия, %	Допускаемое расхождение, %
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$