

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ**Метод определения массовой доли фосфора**

Niobium pentoxide
Method for the determination of
phosphorus content

**ГОСТ
18184.1—79**

Взамен
ГОСТ 18184.1—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 фотометрический метод определения массовой доли фосфора от 0,005 до 0,3%

Метод основан на образовании фосфорномолибденовой гетерополикислоты с последующей экстракцией комплекса смесью изобутилового спирта и хлороформа и восстановлением его в органическом слое двуххлористым оловом и фотометрированием экстракта

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Общие требования — по ГОСТ 18184 0—79

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр СФ-4А или фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 600—700°C

Весы аналитические

Тигли никелевые

Стаканы кварцевые вместимостью 100 мл.

Колбы мерные вместимостью 25, 100, 1000 мл.

Воронки делительные вместимостью 100 мл.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 5, 10 мл

Пипетки без делений вместимостью 25 мл.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, 5%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч., 10 и 20%-ный растворы.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, ч. д. а., 5%-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 11125—78, ос. ч.; азотную кислоту кипятят до обесцвечивания и разбавляют водой 1:1.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч., очищенный перекристаллизацией, 10%-ный раствор.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016—77, ч. д. а., перегнанный.

Хлороформ, х. ч. или медицинский для наркоза, перегнанный.

Смесь изобутилового спирта и хлороформа в соотношении 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, ч. д. а., 10%-ный раствор в соляной кислоте, 0,4%-ный раствор (готовят разбавлением 10%-ного раствора водой в день применения).

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч.

Вода деионизированная с удельным сопротивлением 20—24 МОм·см. (0,2—0,24 МОм·м).

Раствор для разбавления; готовят следующим образом: смешивают 40 мл 5%-ного раствора гидроксида натрия и 60 мл 20%-ного раствора хлористого натрия.

Основной раствор фосфора; готовят следующим образом: 0,439 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают, 1 мл основного раствора содержит 100 мкг фосфора. 100 мл основного раствора фосфора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор А. 1 мл раствора А содержит 10 мкг фосфора.

10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают — раствор Б. 1 мл раствора Б содержит 1 мкг фосфора. Раствор Б готовят в день применения.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы: в две группы кварцевых стаканов вместимостью 100 мл (с меткой на 45 мл) помещают пипеткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл раствора Б и 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мл раствора А, что соответствует 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 6,0 мкг фосфора.

Объем раствора в каждом стакане доводят раствором для разбавления до 10 мл, прибавляют 0,4 мл раствора фтористого аммония, нейтрализуют растворы азотной кислотой до pH 6—7 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 мл этой же кислоты, доводят объем раствора водой до 45 мл и прибавляют 5 мл раствора молибденовокислого аммония. После добавления каждого реактива растворы перемешивают.

Через 5 мин полученные растворы переводят в делительные воронки, приливают по 5 мл изобутилового спирта и энергично встряхивают 10 раз до насыщения водного раствора изобутиловым спиртом, добавляют по 5 мл смеси изобутилового спирта с хлороформом, переворачивают воронки 40 раз в течение 1 мин и оставляют стоять до расслаивания. Нижние слои переводят в сухие мерные колбы вместимостью 25 мл, фильтруя жидкости через сухие бумажные фильтры. Экстрагирование повторяют с 2,5 мл смеси изобутилового спирта и хлороформа. После отстаивания нижний слой фильтруют через тот же фильтр, что использовался при первой экстракции, и объединяют первый и второй экстракты в той же колбе.

В каждую из таких колб затем приливают 0,5 мл 0,4%-ного раствора двухлористого олова и слабо помешивают содержимое колбы вращением. Экстракт разбавляют изобутиловым спиртом до метки и перемешивают.

Одновременно в двух кварцевых стаканах параллельно готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме растворов А и Б.

Не позднее чем через 15 мин после приготовления измеряют оптическую плотность образцовых растворов на спектрофотометре или на фотозлектроколориметре (светофильтр № 5) по отношению к раствору сравнения, в качестве которого используют изобутиловый спирт, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм при длине волны 610 нм.

Из значения оптической плотности образцовых растворов вычитают среднее значение оптической плотности контрольных растворов. Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать значения 0,03.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы фосфора в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,1 г пятиокиси ниобия сплавляют в никелевом тигле с 2 г гидроокиси натрия при 600°C до получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают, приливают 25 мл 20%-ного раствора