

УДК 669.715.543.06 : 006.354

Группа В59

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**

Методы определения ниобия

Titanium alloys.  
Methods for the determination of niobium

**ГОСТ**

**19863.9—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле от 0,1 до 5,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 5,0%) методы определения ниобия.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

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

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ  
С РЕАГЕНТОМ 1-(2-ПИРИДИЛ-АЗО)-РЕЗОРЦИНОМ (ПАР)  
(при массовой доле ниобия от 0,5 до 5,0%)**

**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании в растворе соляной кислоты 0,75 моль/дм<sup>3</sup> окрашенного оранжево-красного комплекса с ПАР и измерении оптической плотности раствора при длине волны 536 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, раствор 1:2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.

**Издание официальное**

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

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пиросерникоксильный по ГОСТ 7172.

Соль динатриевая этилендиамина — NNN',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>: 4,65 г трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и растворяют при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Пятиокись ниобия.

Стандартный раствор ниобия: 0,0715 г пятиоксида ниобия сплавляют в кварцевом или платиновом тигле с 3 г пиросерникоксильного калия при температуре  $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$  в муфельной печи. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 75 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и выщелачивают плав при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г ниобия.

1-(2-пиридил-азо)-резорцин мононатриевая соль (ПАР), раствор 1 г/дм<sup>3</sup>: 0,1 г реагента растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Для проведения контрольного опыта таким же образом растворяют 0,1 г титана.

В раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски, десять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 38,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора ПАР, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля ниобия, %	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>
От 0,5 до 2,5 включ.	2,5
Св. 2,5 » 5,0 »	1

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны 536 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта со всеми используемыми в анализе реактивами по пп. 2.3.1, 2.3.2.

2.3.4. Массовую долю ниобия рассчитывают по градуировочному графику.

#### 2.3.5. Построение градуировочного графика

2.3.5.1. При массовой доле ниобия от 0,5 до 2,5%

В восемь мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> приливают по 2,5 см<sup>3</sup> раствора титана, в семь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 см<sup>3</sup> стандартного раствора ниобия, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 г ниобия.

2.3.5.2. При массовой доле ниобия от 2,5 до 5,0%

В восемь мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора титана, в семь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 см<sup>3</sup> стандартного раствора ниобия, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 г ниобия.

2.3.5.3. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 2.3.5.1 и 2.3.5.2, приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и далее поступают по пп. 2.3.2 и 2.3.3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен ниобий.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам ниобия строят градуировочный график.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю ниобия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $m$  — масса ниобия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески пробы в соответствующей аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ниобия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,04	0,05
Св. 1,00 » 2,50 »	0,06	0,07
» 2,50 » 5,00 »	0,12	0,15

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С СУЛЬФОХЛОРФЕНОЛОМ С

(при массовой доле ниобия от 0,1 до 1,5%)

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании в растворе соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> сине-фиолетового комплексного соединения ниобий — сульфохлорфенол С-тарترات и измерении оптической плотности раствора при длине волны 650 нм.

Влияние титана, циркония и железа устраняют введением, соответственно, винной кислоты, трилона Б и гидроксиламина гидрохлорида.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, раствор 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, растворы 30 г/дм<sup>3</sup> и 200 г/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пиросульфид по ГОСТ 7172.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> (готовят по п. 2.2).

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Пятиокись ниобия.

Стандартные растворы ниобия

Раствор А — готовят по п. 2.2.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г ниобия.

Раствор Б (свежеприготовленный): 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором винной кислоты 30 г/дм<sup>3</sup> до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г ниобия.