

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.83  
до 01.07.93**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения ниобия:

фотометрический (от 5 до 30%) — для сплавов (лигатур) на основе циркония, содержащих не более 5% титана, и на основе гафния (компоненты: алюминия не более 10%, молибдена не более 10%, тантала не более 30%);

дифференциальный фотометрический (от 30 до 70%) — для сплавов (лигатур) на основе ванадия, содержащих не более 5% циркония, и в бинарных сплавах ниобий — рений.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с 4- (2-пиридилазо)-резорцином в тартратно-солянокислом (0,6 М по соляной кислоте) растворе. Определению не мешают до 10 мг молибдена, титана, ванадия (IV), алюминия, железа; до 2 мг циркония и до 1 мг гафния (в присутствии трилона Б); до 0,5 мг тантала.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр марки ФЭК-56 или аналогичный прибор.

температуру до 1000°C.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями на 5 см<sup>3</sup>.

Пипетки без деления 5 и 10 см<sup>3</sup>.

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

Мензурки мерные на 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, растворы 150 и 30 г/дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки водой.

4- (2-пиридилазо)-резорцин динатриевая соль, 1-водная (ПАР) водный раствор 1 мг/см<sup>3</sup>.

Ниобий металлический, содержащий не менее 99,9% ниобия, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> ниобия: 0,1 г металлического ниобия помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 4 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 600—700°C до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты 150 г/дм<sup>3</sup>. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 20 мкг/см<sup>3</sup>, готовят разбавлением стандартного раствора раствором винной кислоты 30 г/дм<sup>3</sup> в 50 раз.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°C до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты 150 г/дм<sup>3</sup>, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор разбавляют еще раз: в мерную колбу

емкостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора (при ожидаемой массовой доле ниобия 5—15%) или 5 см<sup>3</sup> (при массовой доле ниобия 15—30%) и доводят до метки раствором винной кислоты 30 г/дм<sup>3</sup>.

Для определения ниобия отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, около 50 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 5 см<sup>3</sup> раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой. Через 1 ч (окрашенные растворы устойчивы 24 ч) измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\max} = 540$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм относительно нулевого раствора, содержащего все реактивы, кроме ниобия.

Массу ниобия находят по градуировочному графику.

### 2.2.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают из бюретки от 1,0 до 5,0 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора ниобия с интервалом 1,0 см<sup>3</sup>, разбавляют (при необходимости) до 5 см<sup>3</sup> раствором винной кислоты 30 г/дм<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, около 50 см<sup>3</sup> воды, 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 5 см<sup>3</sup> раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой. В одну из колб приливают все реактивы, за исключением ниобия (нулевой раствор). Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\max} = 540$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса ниобия. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

### 2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 10},$$

где  $m$  — масса ниобия, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — вместимость мерной колбы при первом разбавлении, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — вместимость мерной колбы при втором разбавлении раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля ниобия, %	Допускаемые расхождения, %
5,0	0,4
10,0	0,8
15,0	1,3
20,0	1,7
25,0	2,1
30,0	2,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения ниобия с 4-(2-пиридилазо)-резорцином (ПАР) в тартратно-солянокислом (1 М по соляной кислоте) растворе. Измерение оптической плотности растворов производят по отношению к раствору сравнения, содержащему 0,6 мг ниобия. Ванадий (IV) и рений определению не мешают. Цирконий маскируют трилоном Б.

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ-4А или аналогичный прибор.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°C.

Плитка электрическая.

Мешалка механическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см<sup>3</sup>.

Колба Бунзена с водоструйным насосом.

Тигли Гуча № 4.

Фильтр «красная лента».

Колбы мерные вместимостью 100 и 500 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями на 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Пипетки без деления на 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные на 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Калий пиросульфидный по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, растворы 100 и 40 г/дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки водой.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Эфир этиловый по ГОСТ 8981—78.

4- (2-пиридилазо)-резорцин динатриевая соль, 1-водная (ПАР), очищенный переосаждением, водный раствор 1 мг/см<sup>3</sup>.

Очистка ПАР: 0,5 г продажного реагента растворяют в 250 см<sup>3</sup> этилового спирта при постоянном перемешивании в течение 2 ч. Нерастворившийся осадок отфильтровывают на бумажный фильтр средней плотности «красная лента» и отбрасывают. К фильтрату добавляют при перемешивании трехкратный (по объему) избыток этилового эфира. Полноту осаждения реагента проверяют добавлением эфира к порции осветленного раствора. Через 30 мин раствор с осадком фильтруют через фильтр «красная лента», помещенный в тигель Гуча. Осадок на фильтре промывают несколько раз эфиром. Высушивают осадок на фильтре при комнатной температуре.

Ниобий металлический, содержащий не менее 99,9% ниобия, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> ниобия: 0,5 г металлического ниобия помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 10 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 600—700°C до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 200 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты 100 г/дм<sup>3</sup>, полученный раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор ниобия (рабочий), содержащий 100 мкг/см<sup>3</sup>, готовят разбавлением стандартного раствора раствором винной кислоты 40 г/дм<sup>3</sup> в 10 раз.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 600—700°C до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты 100 г/дм<sup>3</sup> и по охлаждении переводят раствор в

мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты 100 г/дм<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Для определения ниобия в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 5, 7 или 10 см<sup>3</sup> раствора, содержащие 0,7—0,8 мг ниобия, приливают до 12,5 см<sup>3</sup> раствором винной кислоты 40 г/дм<sup>3</sup> (общее количество винной кислоты 500 мг), прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 15—20 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реагента, и доводят до метки водой. Через 3 ч (окрашенные растворы устойчивы 24 ч) измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при  $\lambda = 540$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 0,6 мг ниобия: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают 6 см<sup>3</sup> рабочего раствора ниобия, приливают до 12,5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты 40 г/дм<sup>3</sup>, 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 15—20 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реагента. Через 3 ч раствор используют в качестве раствора сравнения.

Массу ниобия находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.2.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вводят из бюретки 6,0; 6,5; 7,0; 7,5 и 8,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора ниобия, что соответствует 0,6; 0,65; 0,7; 0,75 и 0,8 мг ниобия. Приливают до 12,5 см<sup>3</sup> раствор винной кислоты 40 г/дм<sup>3</sup>, 0,5 см<sup>3</sup> трилона Б, 15—20 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> раствора ПАР, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой и перемешивают. Через 3 ч измеряют оптическую плотность растворов, содержащих от 0,65 до 0,8 мг ниобия, по отношению к раствору, содержащему 0,6 мг ниобия, на спектрофотометре при  $\lambda = 540$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса ниобия. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю ниобия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

где  $m$  — масса ниобия, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ниобия, %	Допускаемые расхождения, %
30,0	0,8
35,0	1,0
40,0	1,1
45,0	1,3
50,0	1,4
55,0	1,5
60,0	1,7
65,0	1,8
70,0	1,9

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницына, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120.**

**3. Срок проверки — 1993 г.  
Периодичность проверки — 5 лет.**

**4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 5817—77	2.1, 3.1
ГОСТ 7172—76	2.1, 3.1
ГОСТ 8981—78	3.1
ГОСТ 10652—73	2.1, 3.1
ГОСТ 26473.0—85	1.1

**6. Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096.**

**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).**



## Методы определения ниобия

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2758

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России

*(Продолжение см. с. 28)*



Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Таджикистан Туркменистан	Таджикгосстандарт Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан Украина	Узгосстандарт Госстандарт Украины

Вводная часть. Последний абзац. Заменить слова: «и в бинарных сплавах ниобий-рений» на «и для бинарных сплавов ниобий-рений и ниобий-титан».

Раздел 3. Вводная часть. Заменить слова: «и рений» на «рений и титан».

Пункт 3.1. Двадцать второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(ИУС № 6 1998 г.)