УДК 622.349.3-15:546.883.5-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения пятиокиси тантала

Raremetallic concentrates.
Methods for the determination
of tantalium pentoxide

ГОСТ 25702.13—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3362 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает методы определения пятиокиси тантала:

экстракционно-фотометрический и нейтронно-активационный (при массовой доле от 0,5 до 0,7 %) в лопаритовом концентрате;

экстракционно-фотометрический (при массовой доле от 0,1 до 2,0 %) — в черновом танталовом концентрате;

экстракционно-гравиметрический (при массовой доле от 10 до 60 % и выше) — в танталитовом и танталовом концентратах.

При разногласиях в оценке качества лопаритового концентрата по показателю содержания пятиокиси тантала определение проводят нейтронно-активационным методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)*

gost.e-ecolog.ru

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ТАНТАЛА В ЛОПАРИТОВОМ И ЧЕРНОВОМ ТАНТАЛОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на извлечении тантала из тартратно-сульфатной среды смесью толуола с ацетоном (9:1) в виде фторотанталата кристаллического фиолетового или бриллиантового зеленого и фотометрировании окраски экстракта.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

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

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли кварцевые вместимостью 50 см³.

Чашки платиновые вместимостью 50 см³.

Банка полиэтиленовая вместимостью 500 см³.

Груша резиновая.

Колбы мерные вместимостью 100 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 и 200 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³.

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

Пипетки вместимостью 10 см³ с поршнем и делениями.

Пипетка полиэтиленовая вместимостью 3 см³ с делением.

Пробирки стеклянные вместимостью 15 см³ с притертыми пробками.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 50 см³.

Примечание. После работы с растворами красителей цилиндры и другую посуду следует вымыть серной кислотой и водой

Часы песочные на 1 мин или секундомер.

Штативы для пробирок и кварцевых цилиндров.

Бумага индикаторная «Phan», pH=0,4—1,4 или «Рифан», pH=0,3—2,2.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:4 и с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78 с молярной концентрацией 5 моль/дм³.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, водный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

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

Аммоний виннокислый по НТД, растворы с массовой концентрацией 40 и 100 г/дм³.

Ацетон по ГОСТ 2603—79 или импортный «Chemapol».

Натрий пиросернокислый по ГОСТ 18344—78.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Бриллиантовый зеленый, водный раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³, готовят следующим образом: 5 г красителя растворяют в 500 см³ дистиллированной воды при нагревании не выше 60 °С, оставляют на ночь, затем отфильтровывают через два фильтра «синяя лента». Раствор сохраняют в защищенных от света условиях.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор с массовой концентрацией 2,0 г/дм³, готовят следующим образом: 0,2 г красителя растворяют в воде, добавляя ее небольшими порциями, переводят раствор с осадком в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки. Раствор оставляют в темном месте на сутки, затем отфильтровывают через фильтр «синяя лента». Раствор сохраняют в защищенных от света условиях.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 25 г реактива растворяют в 500 см³ кипящей дистиллированной воды при помешивании, переводят в полиэтиленовую посуду и оставляют на сутки. Раствор отфильтровывают через фильтр «синяя лента» и хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор для разбавления: 40 г натрия пиросернокислого расплавляют до удаления паров серной кислоты, растворяют в ~500 см³ раствора аммония виннокислого с концентрацией 40 г/дм³ и разбавляют тем же раствором до 1 дм³.

Пятиокись тантала, высокой чистоты, содержащая не менее 99,9 % основного вещества.

Стандартные растворы пятиокиси тантала:

раствор А. Навеску пятиокиси тантала массой 0,05 г помещают в кварцевый тигель с крышкой и сплавляют с 2 г пиросернокислого натрия в муфельной печи при температуре 850—900 °С до получения прозрачного плава, прибавляя в процессе сплавления 1—2 раза по 1 см³ серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 40 см³ горячего раствора аммония щавелевокислого с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг пятиокиси тантала.

Раствор пригоден для использования в течение месяца.

раствор Б. Отбирают пипеткой 2 см³ раствора А, переводят его

в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором для разбавления и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг пятиокиси тантала.

Раствор пригоден для использования в течение 1 сут.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, смачивают 1 см³ воды, приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты и слабо нагревают на электроплитке в течение 30 мин. Приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до паров серной кислоты, а затем упаривают на горячей электроплитке досуха. К остатку добавляют 2 г пиросернокислого натрия, чашку помещают в муфельную печь и сплавляют при 800—900 °С до получения однородного плава, прибавляя в процессе сплавления серную кислоту. Плав растворяют в 40 см³ горячего раствора виннокислого аммония с массовой концентрацией 100 г/дм³, добавляют примерно 20 см³ воды и нагревают до получения прозрачного раствора. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают (раствор 1). Далее проводят определение содержания тантала с использованием одного из реагентов: кристаллического фиолетового или бриллиантового зеленого.

2.2.1.1. При определении содержания тантала с помощью кристаллического фиолетового аликвотную часть раствора 1, равную 5 см³, переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, приливают 5 см³ раствора виннокислого аммония с массовой концентрацией 40 г/дм³ и доводят pH раствора до значения 1—1,3, добавляя по каплям серную кислоту, разбавленную 1:4 (pH раствора устанавливают, пользуясь индикаторной бумагой «Phan» или «Рифан»). Приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 см³ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой, встряхивают в течение 1 мин, после чего оставляют на 1 мин. Отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей 7 см³ экстракта и переносят в стеклянную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено пипеткой 3 см³ ацетона, и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~590 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм по отношению к воде.

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вы-

читают из значения оптической плотности анализируемого раствора.

Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать величины 0,03, в противном случае меняют посуду и реактивы.

Массу пятиокиси тантала находят по градуировочному графику.

2.2.1.2. Для построения градуировочного графика в кварцевые цилиндры с притертыми пробками приливают микробюреткой 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, добавляют до 10 см³ раствора винно-кислого аммония с массовой концентрацией 40 г/дм³, pH раствора устанавливают до значения 1—1,3, как указано в п. 2.2.1.1, приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ раствора фтористого натрия, 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и далее поступают, как указано в п. 2.2.1.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси тантала строят градуировочный график.

2.2.1.3. При определении содержания тантала с помощью бриллиантового зеленого аликвотную часть раствора 1, равную 5 см³, переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, добавляют 2 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 6 см³ раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 0,5 см³ раствора бриллиантового зеленого. Цилиндр закрывают пробкой, встряхивают в течение 1 мин и оставляют на 3 мин для расслаивания фаз. Затем отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей 7 см³ экстракта и переносят в стеклянную **пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено** пипеткой 3 см³ ацетона. Содержимое пробирки перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~640 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде.

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы.

Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора.

Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать величины 0,03—0,04, в противном случае меняют посуду и реактивы.

Массу пятиокиси тантала находят по градуировочному графику.

2.2.1.4. Для построения градуировочного графика в кварцевые цилиндры с притертыми пробками приливают 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ раствора Б, доводят до 5 см³ раствором виннокислого аммония с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Добавляют 2 см³ раствора серной кислотой, разбавленной **1:4, 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 6 см³ раствора фтористого натрия** и 0,5 см³ раствора бриллиантового зеленого. Далее поступают, как указано в п. 2.2.1.3.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам пятиокиси тантала строят градуировочный график.

2.2.1—2.2.1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.1.5. При определении содержания тантала в черновом танталовом концентрате с помощью бриллиантового зеленого аликвотную часть раствора 1, равную 1,0—5,0 см³, в зависимости от содержания тантала, переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, добавляют до общего объема 5 см³ раствором для разбавления, затем 7 см³ раствора серной кислоты с концентрацией 1 моль/дм³, 1,5 см³ раствора фтористоводородной кислоты (полиэтиленовой пипеткой) с концентрацией 5 моль/дм³, 1 см³ ацетона **и содержимое цилиндра перемешивают. Далее вводят 9 см³ толуола,** 0,5 см³ раствора бриллиантового зеленого. Цилиндр закрывают пробкой, встряхивают в течение 1 мин и оставляют на 5 мин для расслаивания фаз. Далее поступают, как указано в п. 2.2.1.3.

2.2.1.6. Для построения градуировочного графика в кварцевые цилиндры с притертыми пробками приливают 0,5—1,0—2,0 и 2,5 см³ раствора Б, доводят до общего объема 5,0 см³ раствором для разбавления, затем 7 см³ раствора серной кислоты с концентрацией 1 моль/дм³, 1,5 см³ раствора фтористоводородной кислоты с концентрацией 5 моль/дм³, 1 см³ ацетона и содержимое цилиндра **перемешивают. Далее вводят 9 см³ толуола, 0,5 см³ раствора бриллиантового зеленого. Далее поступают, как указано в п. 2.2.1.3.**

2.2.1.5; 2.2.1.6. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю пятиокиси тантала (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси тантала, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

K — **коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;**

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятой для определения, см³;

m — масса навески пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Анализируемый концентрат	Массовая доля пятиокиси тантала, %	Допускаемое расхождение, %
Лопаритовый	0,50	0,09
	0,60	0,10
	0,70	0,11
Танталовый (черновой)	0,100	0,015
	0,20	0,03
	0,50	0,08
	1,00	0,13
	1,5	0,2
	2,00	0,25

2.3.1; 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ТАНТАЛА В ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на облучении анализируемых концентратов нейтронами ядерного реактора и последующей регистрации наведенной активности ^{182}Ta на полупроводниковом гамма-спектрометре.

3.1. **Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы микроаналитические типа ВЛМ-1г (СМД-1000) или аналогичные.

Ядерный реактор с плотностью потока нейтронов, равной **$(1—3)\cdot10^{13}$ нейтр./(с·см^2)**.

Гамма-спектрометр, состоящий из многоканального анализатора типа LP-4900 или аналогичного, блока усиления сигналов и детектора типа «Лангур» или аналогичного, полупроводникового германий-литиевого детектора с фотоэффективностью регистрации гамма-квантов ^{137}Cs не менее 0,5 %. Разрешение спектрометра по линии ^{137}Cs не более 4 кэВ. Отношение сигнал/комптоновский фон для гамма-линии ^{60}Co с энергией 1332 кэВ не менее 10:1.

Радиометр типа «Тисс» или аналогичный.

Бокс настольный на одно рабочее место типа 9БП1-ОС или аналогичный.

Контейнер настольный лабораторный марки КТ-10 с толщиной стенок из свинца 10 мм.

Контейнер транспортный марки КЛ-10 с толщиной стенок из свинца 100 мм.

Пенал для облучения из алюминия марки 995-А.

Фольга толщиной 0,05—0,1 мм из алюминия марки 995-А.

Набор образцовых стандартных гамма-излучателей ОСГИ.

Ступка и пестик агатовые.

Графитовый порошок нейтронно-активационно чистый по танталу.

Лампа инфракрасная ИФ-1.

Тантала пятиокись высокой чистоты, содержащая не менее 99,9 % основного вещества.

Образец сравнения основной с массовой долей пятиокиси тантала 10,0 %; готовят следующим образом: взвешивают 100 мг пятиокиси тантала и 900 мг графитового порошка, переносят их в агатовую ступку. Смесь тщательно растирают под слоем спирта в течение 150—180 мин, затем высушивают под лампой ИФ-1 до постоянной массы.

Образец сравнения рабочий с массовой долей пятиокиси тантала 1,0 %; готовят следующим образом: от основного образца сравнения отбирают навеску массой 100 мг, переносят в агатовую ступку, туда же добавляют 900 мг графитового порошка и далее поступают так, как указано при приготовлении основного образца сравнения.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

3.2. **Подготовка к анализу**

3.2.1. Подготовка анализируемых концентратов и образец сравнения к облучению

Пенал для облучения и алюминиевую фольгу промывают ацетоном, затем спиртом.

Из алюминиевой фольги делают пакеты размером 1×1 см, маркируют. В пакет помещают сначала 10—15 мг графитового порошка, затем точную навеску анализируемого концентрата массой от 10 до 12 мг, затем 10—15 мг графитового порошка. Пакет плотно закрывают и встряхивают в течение примерно 1 мин для перемешивания содержимого пакета. От каждой пробы отбирают по две навески.

Аналогичным способом готовят упаковку с точной навеской рабочего образца сравнения, масса которой от 8 до 10 мг.

Пакеты с навесками анализируемых концентратов и образцов сравнения складывают в стопки размером не более 25×25 мм, заворачивают в алюминиевую фольгу и помещают в пенал для облу-

чения. В каждой стопке должно быть по три образца сравнения.

Всего в пенал для облучения можно помещать навески материала общей массой до 250 мг.

Время облучения 60—90 мин при плотности потока нейтронов $2 \cdot 10^{13}$ нейтр./(с·см^2).

Облученные образцы перевозят с реактора в контейнере КЛ-10.

3.2.2. **Подготовка спектрометра, анализируемого концентрата и образцов сравнения к измерению активности**

Облученные навески концентрата и образцы сравнения выдерживают в течение 10 дней в хранилище радиоактивных веществ, затем переносят в контейнере КТ-10 в измерительную комнату. Навески концентратов и образцы сравнения не перепаковывают в необлученную фольгу.

Определение содержания пятиокиси тантала проводят по гамма-линии ^{182}Ta (период полураспада 115 дн) с энергией 1189 кэВ.

Измерению активности ^{182}Ta предшествует градуировка спектрометра по энергии с помощью набора стандартных излучателей ОСГИ. При градуировке подбирают такое усиление сигналов с детектора, чтобы на один канал анализатора приходилось 0,7—1,2 кэВ.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Измерение активности

3.3.1.1. При измерении активности ^{182}Ta в анализируемых концентратах и образцах сравнения подбирают такое расстояние от детектора, чтобы поправка на «мертвое время» анализатора не превышала 5 %. При этом анализатор должен работать в режиме, учитывающем «мертвое время». Для снижения загрузки спектрометра от низкоэнергетических гамма-линий радионуклидов используют фильтр излучения, состоящий из слоя алюминия толщиной 3 мм и слоя свинца толщиной 4 мм.

Активность ^{182}Ta в навесках анализируемых концентратов и образцах сравнения измеряют в одинаковых геометрических условиях.

Время измерения активности должно быть таким, чтобы в аналитическом пике ^{182}Ta (E_i = 1189 кэВ) было зарегистрировано 10—12 тыс. импульсов. Время измерения активности всех образцов сравнения одинаковое.

Расшифровку спектра выполняют по энергии гамма-линии ^{182}Ta с использованием градуировки спектрометра и по положению гамма-линии ^{182}Ta в спектре образца сравнения.

3.4.1. Массовую долю пятиокиси тантала (X) в процентах в каждой из двух навесок анализируемого лопаритового концентрата вычисляют по формуле

$$X = \frac{3 \cdot t_{oc} \cdot S_{пр} \cdot 100}{t_{пр} \cdot m_{пр}\left(\frac{S_{oc_1}}{m_{oc_1}} + \frac{S_{oc_2}}{m_{oc_2}} + \frac{S_{oc_3}}{m_{oc_3}}\right)},$$

где t_0; $t_{пр}$ — время измерения активности ^{182}Ta в концентрате и рабочих образцах сравнения соответственно, мин;

$S_{пр}$ — площадь аналитического пика ^{182}Ta за вычетом фона в спектре концентрата, имп;

$m_{пр}$ — масса навески анализируемого концентрата, мг;

S_{oc_1}; S_{oc_2}; S_{oc_3} — площадь аналитических пиков ^{182}Ta за вычетом фона в спектрах рабочих образцов сравнения, находившихся во время облучения в одной стопке с навесками концентрата, имп;

m_{oc_1}; m_{oc_2}; m_{oc_3} — масса пятиокиси тантала в навесках рабочих образцов сравнения, мг;

3 — коэффициент, учитывающий количество образцов сравнения.

За первый (X_1) и второй (X_2) результаты параллельных определений принимают значения массовой доли пятиокиси тантала, найденные по данным, полученным согласно пп. 3.2 и 3.3, по приведенной выше формуле для первой и второй навесок анализируемого лопаритового концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. В интервале значений массовой доли пятиокиси тантала от 0,5 до 0,7 расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,04 %.

4. ЭКСТРАКЦИОННО-ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЯТИОКИСИ ТАНТАЛА В ТАНТАЛИТОВОМ И ТАНТАЛОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на отделении тантала от мешающих элементов экстракцией его в виде фтортанталата бриллиантового зеленого хлороформом и гравиметрическом определении тантала осаждением его селенистой кислотой из оксалатного раствора после удаления хлороформа.

4.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 850—900 °С.

Чашки платиновые вместимостью 50 см³.

Воронки делительные фторопластовые, полиэтиленовые или полиизопропиленовые вместимостью 200—250 см³.

Для мытья делительных воронок используют этиловый спирт в количестве 15 см³ на одну делительную воронку.

Допускается применять стеклянные и кварцевые делительные воронки. Краны и шлифы в воронках смазывать не следует.

Часы песочные на 1 и 2 мин.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Масса бумажная обеззоленная.

Палочки пластмассовые.

Пипетка полиэтиленовая откалиброванная на 1,0 и 1,5 см³.

Банка пластмассовая вместимостью 1000 см³.

Колба мерная вместимостью 1000 см³.

Эксикатор

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 250 см³.

Крышка фторопластовая с диаметром на 10 мм превышающим диаметр стакана.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота селенистая по ГОСТ 11081—75, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³, свежеприготовленный.

Калий фтористый кислый по ГОСТ 10067—80.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Смесь для сплавления: 40 г фтористого натрия и 60 г фтористого кислого калия перемешивают в пластмассовой банке до однородности.

Хлороформ медицинский.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Бриллиантовый зеленый, медицинский, раствор с молярной концентрацией 25 г/дм³, готовят следующим образом: растворяют 25 г бриллиантового зеленого в 200 см³ хлороформа, фильтруют через сухой фильтр в сухую мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят хлороформом до метки и перемешивают.

4.2. **Проведение анализа**

Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле пятиокиси тантала свыше 25 %) помещают в платиновую чашку, засыпают 4 г бифторида калия или смеси для сплавления, нагревают на горячей электроплитке, а затем в начале нагретой муфельной печи до прекращения вспучивания плава. Сплавляют содержимое чашки при температуре 800—900 °С в течение 2—5 мин до образования легкоподвижного плава. Пробы, которые в указанных выше условиях не сплавляются или сплавляются неполностью, перед сплавлением обрабатывают кислотами. Для этого навеску пробы в платиновой чашке смачивают 2—3 см³ воды, добавляют примерно 15 см³ фтористоводородной кислоты, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1 и выпаривают досуха. К сухому остатку в чашку добавляют 4 г бифторида калия или смеси для сплавления и проводят сплавление как указано выше. После охлаждения плава добавляют в чашку 15 см³ серной кислоты, тщательно обмывая края чашки и нагревают до появления паров серной кислоты. Дымление продолжают в течение 1 мин. В остывшую чашку добавляют 1,5 см³ фтористоводородной кислоты (с помощью полиэтиленовой пипетки), 30—40 см³ воды и тщательно перемешивают пластмассовой палочкой до растворения солей. Если раствор не становится прозрачным, то его нагревают до растворения осадка, не допуская уменьшения объема. Остывший раствор количественно переносят в делительную воронку, в которую предварительно введено 50 см³ раствора бриллиантового зеленого в хлороформе, доводят объем водной фазы до 100 см³ и сразу же экстрагируют тантал в течение 2 мин. Содержимому воронки дают отстояться в течение 5—10 мин и сливают органическую фазу в стакан, устанавливая границу разделения фаз на 3—5 мм выше крана делительной воронки. Для предотвращения механических потерь экстракта добавляют в воронку 2—3 см³ чистого хлороформа. Сливают хлороформ в тот же стакан.

Проводят повторную экстракцию. Для этого добавляют в воронку с водной фазой 1,0 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ раствора бриллиантового зеленого, встряхивают 2 мин и через 2—10 мин сливают органическую фазу в тот же стакан, пользуясь описанным выше приемом для уменьшения потерь органической фазы. Водную фазу промывают. Для этого добавляют в воронку 10 см³ хлороформа, встряхивают 1 мин и через 10 мин присоединяют органическую фазу к объединенным экстрактам. К содержимому стакана добавляют 15 см³ серной кислоты, накрывают фторопластовой крышкой и осторожно отгоняют хлороформ, помещая стакан на слабо нагретую электрическую плитку с толстым сло-

ем асбеста. После охлаждения обмывают крышку водой и содержимое стакана нагревают до паров серной кислоты. Снова охлаждают, обмывают стенки стакана 10 см³ азотной кислоты и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Обмывают стенки стакана водой и выпаривание повторяют.

К остывшему сернокислому раствору приливают 8 см³ раствора щавелевой кислоты, перемешивают, добавляют 25 см³ раствора селенистой кислоты и разбавляют раствор водой до 150 см³. Нагревают содержимое стакана до кипения, добавляют беззольную бумажную массу, кипятят 3 мин и оставляют стоять при температуре 60—80 °С (на водяной бане или вблизи нагревательного прибора) в течение 20—30 мин. Выпавший осадок фильтруют, промывают 2—3 раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1:9, содержащей 0,1 % селенистой кислоты. Фильтр с осадком переносят в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, озоляют, прокаливают в течение 60 мин в муфельной печи при 800—900 °С. Содержимое тигля охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до постоянной массы.

4.1; 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. **Обработка результатов**

4.3.1. Массовую долю пятиокиси тантала (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_x - m_1) \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где m_x — масса тигля с осадком, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

K — коэффициент в пересчете по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля пятиокиси тантала, %	Допускаемое расхождение, %
10,0	0,4
20,0	0,7
30,0	1,0
40,0	1,2
50,0	1,4
60,0	1,5
)	1,6

gost.e-ecolog.ru

4.3.1; 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**