

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

# ТАНТАЛ И ЕГО ОКИСЬ

## МЕТОДЫ АНАЛИЗА

## ГОСТ 18904.0—89, ГОСТ 18904.1—89, ГОСТ 18904.6—89, ГОСТ 18904.8—89

Издание официальное

10 коп. БЗ 1—89/41

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.294.001.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ТАНТАЛ И ЕГО ОКИСЬ

## Общие требования к методам анализа

Tantalum and its oxide. General requirements for methods of analysis

**ГОСТ 18904.0—89**

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа тантала и его окиси.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Для проведения анализа используют мерную посуду не ниже второго класса точности по ГОСТ 20292 и ГОСТ 1770, а также стеклянную посуду по ГОСТ 25336, фарфоровую посуду и оборудование по ГОСТ 9147, посуду из прозрачного кварца по ГОСТ 19908, посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000.

1.2. Для взвешивания используют аналитические лабораторные весы ВЛР-20Г, торсионные весы ВТ-500 по ГОСТ 13718, технические весы типа ВПТ-1 или весы аналогичных типов.

1.3. Навески анализируемых проб и материалов, используемых для приготовления образцов сравнения и стандартных растворов, взвешивают на аналитических весах (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака)

Навески анализируемых проб и образцов сравнения в ходе спектрального анализа взвешивают на аналитических или торсионных весах (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака).

Навески реактивов для приготовления проявителя и фиксажа, а также плавней взвешивают на технических весах (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

1.4. Для прокаливания и сплавления применяют муфельные лабораторные электропечи МП-2УМ, ПМ-8 или аналогичные, обеспечивающие температуру нагрева до 1000°С.

1.5. Для нагревания применяют электрическую плитку с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

1.6. Чистота металлов, применяемых для приготовления стандартных растворов и образцов сравнения, должна быть не менее 99,5%.

1.7. Для приготовления растворов и проведения анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, деионизованную воду и реактивы квалификации не ниже ч. д. а.

1.8. Проявитель и фиксаж готовят в соответствии с рецептурой, прилагаемой к фотопластинкам.

1.9. Допускается применение другой аппаратуры, материалов, посуды и реактивов, при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.10. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение допускаемого расхождения.

1.11. В стандартах на методы анализа приведены допускаемые расхождения для нескольких значений массовой доли определяемого элемента. Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовой доли определяемого элемента вычисляют методом линейной интерполяции.

1.12. Точность результатов анализа контролируют, используя стандартные образцы состава. Результат анализа, полученный из параллельных определений, считают правильным, если абсолютное значение разности результата анализа и аттестованного значения при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не превышает значения

$$\Delta = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + q_n^2 d^2},$$

где $\Delta_{ат}$ — погрешность аттестации стандартного образца;

$$q_n^2 = \left(\frac{1{,}96}{2{,}77}\right)^2 \cdot 0{,}5 \text{ при } n=2;$$

$$q_n^2 = \left(\frac{1{,}96}{3{,}31}\right)^2 = 0{,}35 \text{ при } n=3;$$

$d$ — допускаемое расхождение результатов анализа.

Допускается использовать отраслевые стандартные образцы состава и стандартные образцы предприятий, аттестованные в соответствии с ГОСТ 8.315.

При отсутствии стандартных образцов применяют способы контроля, указанные ниже.

1.13. Точность результатов анализа фотометрическим методом контролируют методом добавок. Добавка должна в два-три раза превышать значение массовой доли определяемой примеси в пробе. Если значение массовой доли определяемой примеси не превышает значения нижнего предела определяемых массовых долей, то добавка в 2—3 раза превышает значение нижнего предела определяемых массовых долей.

Результаты анализа считают правильными, если абсолютное значение разности ($d$) расчетного (массовая доля определяемой примеси с добавкой) и найденного значения при доверительной вероятности $P=0,95$ удовлетворяет соотношению

$$d \leqslant q_n \sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где $q_n=0,7$ для $n=2$, $q=0,6$ для $n=3$;

$n$ — число параллельных определений;

$d_1$ и $d_2$ — допускаемые расхождения соответственно для массовой доли определяемой примеси и для массовой доли определяемой примеси с добавкой, приведенные в стандарте на метод анализа.

Значение массовой доли определяемой примеси с добавкой не должно превышать верхнего предела определяемых массовых долей.

1.14. Точность результатов анализа спектральным методом контролируют для каждой из определяемых примесей при переходе к новому комплекту образцов сравнения.

С этой целью для одной и той же пробы, содержащей определяемую примесь, с использованием старого и нового комплектов образцов сравнения получают по четыре результата анализа и вычисляют среднее арифметическое значение этих результатов. Результаты считают правильными, если расхождение средних значений старого и нового комплектов образцов сравнения не превышает половины расхождения для массовой доли, равной среднему значению результатов анализа старого комплекта образцов сравнения.

Контроль проводят для каждого интервала между образцами сравнения по мере поступления на анализ соответствующих проб.

Контроль качества комплекта образцов сравнения допускается проводить с использованием комплекта стандартных образцов оксида тантала (комплект СОТ — 17) ГСО № 2798—83 — ГСО № 2803—83.

1.15. Допускается контролировать точность результатов анализа сопоставлением с результатами, полученными другим методом. Абсолютное значение разности ($d$) результатов анализа, полученных двумя методами, при доверительной вероятности $P=0,95$ должно удовлетворять соотношению

$$d \leqslant 0,7 \sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где $d_1$ — допускаемое расхождение двух результатов анализа, полученных первым методом;

$d_2$ — допускаемое расхождение двух результатов анализа, полученных вторым методом.

1.16. В выражении «разбавленная 1 : 1, 1 : 2 и т. д.» первые цифры означают объемные части концентрированной кислоты, вторые — объемные части воды

1.17. Перед приготовлением образцов сравнения для спектрального анализа окиси и соли прокаливают или просушивают до постоянной массы при следующих температурах (градусы по Цельсию);

окиси: ванадия (V) — 500—600, вольфрама (VI) — 650, железа (III) — 700—800, кобальта (II, III) — 800, кремния (IV) — 700—800, меди (II) — 600, молибдена (VI) — 450—550, ниобия (V) — 800, олова (IV) — 600—700, титана (IV) — 700—800, циркония (IV) — 700—800; натрий хлористый — 100—120.

1.18. Допускается разбавлять окисленную пробу в 5—10 раз пятиокисью тантала чистой по определяемым примесям при спектральном анализе проб с массовой долей примесей выше верхнего предела, указанного в стандартах.

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Тантал и его соединения в воздухе рабочей зоны не образуют токсических веществ и относятся к четвертому классу опасности.

2.2. Лабораторные помещения, в которых выполняется химическая обработка навесок тантала, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021.

2.3. Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

2.4. К работе в аналитической лаборатории должны допускаться лица, прошедшие инструктаж в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

2.5. Общие требования безопасности при анализе тантала — по нормативно-технической документации.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. Н. Филимонов, Н. А. Аракельян, А. С. Терехова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.03.89 № 563

3. ВЗАМЕН ГОСТ 18904.0—73

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 8.315—78 | 1.12 |
| ГОСТ 12.0.004—79 | 2.4 |
| ГОСТ 12.1.004—85 | 2.2 |
| ГОСТ 12.4.021—75 | 2.3 |
| ГОСТ 1770—74 | 1.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 1.7 |
| ГОСТ 9147—80 | 1.1 |
| ГОСТ 13718—68 | 1.2 |
| ГОСТ 14919—83 | 1.5 |
| ГОСТ 19908—80 | 1.1 |
| ГОСТ 20292—74 | 1.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 1.1 |

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. М. Трофимова*

gost.e-ecolog.ru

Т. в печ. 22.05.89 2,0 усл. п. л. 2,0 усл. кр.-отт. 1,75 уч.-изд. л.
Тир. 8 000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 401