МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ( В И М С )

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция №53-Х

# ТАНТАЛ И НИОБИЙ

МОСКВА - 1966 г.

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 года

7.Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от 1 ноября 1954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 8. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Химико-аналитические методы
Инструкция № 58 - Х

# УНИФИЦИРОВАННЫЙ МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА С КРИСТАЛЛВИОЛЕТОМ И КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ В ВИДЕ РОДАНИДНОГО КОМПЛЕКСА

Всесоюзный научно-исследовательский институт
минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1966 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 58 - А рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 8 от 18.VI.66 г.)

Председатель НСАМ В.Г.Сочеванов

Председатель секции химико-аналитических методов К.С.Пахомова

Ученый секретарь Р.С. Фридман

№ 53 - Х

Инструкция № 53 - Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 8 от 13.УI. 66г) и утверждена ВИМСом о введением в действие

с 1 октября 1966г.

# УНИФИЦИРОВАННЫЙ МЕТОД ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА С КРИСТАЛЛВИОЛЕТОМ И КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ В ВИДЕ РОДАНИДНОГО КОМПЛЕКСА[x)]

## Сущность метода

В растворе, содержащем фтористоводородную кислоту, тантал образует с кристаллвиолетом окрашенное комплексное соединение - фторотанталат кристаллвиолета, экстрагируемое бензолом[4,10,12]. На этой реакции основан метод, предложенный Н.С. Полуэктовым, Л.И.Кононенко и Р.С.Лаузром[12].

Полнота образования окрашенного комплекса и экстракции его бензолом зависит от концентрации фторид-ионов и от кислотности среды. Поэтому содержание кислоты и фторид-ионов в растворе должно быть строго постоянным. Кристаллвиолет в кислых растворах постепенно разрушается, поэтому его следует приливать непосредственно перед экстрагированием и в процессе экстракции строго соблюдать режим времени. Так как интенсивность окраски бензольного экстракта зависит от концентрации красителя в водной фазе, количество его должно быть постоянным.

Окраска фторотанталата кристаллвиолета разрушается под действием света, поэтому следует работать на теневой стороне комнаты и сразу после разделения слоев смешивать бензоль-

x) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1966г., на основании унификации методов, применяемых в центральных лабораториях Южно-Казахстанского ГУ, Северо-Западного ГУ, Иркутского ГУ, УГ при СМ Киргизской ССР, в ВСЕГЕИ, ВИМСе, ЦЛ геолого-геохимического треста.

ный экстракт с ацетоном для стабилизации окраски. В присутствии ацетона соединение красителя с фортанталатом разрушается и освобождается эквивалентное танталу количество красителя, раствор которого в смеси ацетон-бензол устойчив в течение неограниченного времени[7,11].

Максимум светопоглощения бензольного раствора красителя находится при длине волны ~ 595 мик. При работе с фотоколориметром ФЭКН-54 или 57 пользуются светофильтром № 6.

Большая часть элементов, сопутствующих танталу в рудах, практически не мешает его определению. Ограничение при определении тантала заключается лишь в том, что содержание ниобия не должно превышать содержание тантала больше чем в 20 раз.

Бор дает аналогичную танталу реакцию с кристаллвиолетом, но содержащийся в породе бор удаляется при разложении материала фтористоводородной и серной кислотами. Бензольные экстракты не должны находиться продолжительное время в контакте со стеклом, так как оно часто содержит бор, который, переходя в раствор, завышает результаты определения тантала.

Окрашенные экстракты дают такие нитрат- и иодид ионы и ион двухвалентной ртути.

Кальций и редкоземельные элементы понижают интенсивность окраски тантала с кристаллвиолетом, так как снижают концентрацию фторида в растворе.

Метод определения ниобия, предложенный И.П. Алимариным и Р.Л. Подвальной[1,3], основан на том, что ниобий V образует в кислой среде комплексное соединение с роданистоводородной кислотой, окрашенное в желтый цвет и экстрагируемое этиловым эфиром. Ниобий определяют визуально по методу стандартных серий при содержании его от 0 до 20 мкг пятиокиси ниобия в 5 мл эфира[x)].

Тантал в условиях определения ниобия дает с роданид-ионами бесцветный комплекс. Определению ниобия мешают титан, молибден, вольфрам, уран, ванадий, железо, хром, кобальт, медь, золото и платина, образующие окрашенные соединения с роданидом[I]. При экстрагировании эфиром устраняется влияние хрома, урана, железа и меди, которые остаются в водном слое. Совместно с ниобием эфиром извлекаются окрашенные роданиды молибдена, вольфрама, титана, кобальта, платины[I] и ванадия[9]. Соединения золота, селена и теллура в ходе анализа восстанавливаются до элементарного состояния. Эти элементы осаждаются на стенках сосуда и мешают наблюдению окраски ниобиевого комплекса[I].

Образованию желтого комплекса ниобия препятствуют фторид-, сульфат-, фосфат-, арсенат- и, особенно, оксалат-ионы. Азотная кислота разрушает роданиды. Винная или лимонная кислота и их соли не влияют на интенсивность окраски ниобиевого комплекса, но замедляют его образование[I].

Для отделения от основной массы сопутствующих элементов ниобий и тантал выделяют таннином из солянокислой среды в присутствии коллектора, состоящего из бумажной массы и желатины[3,5].

Если в пробах содержатся молибден, вольфрам, ванадий, то для их отделения ниобий и тантал осаждают 20%-ным раствором едкого натра, осадок растворяют соляной кислотой и из полученного раствора выделяют ниобий и тантал раствором таннина.

---

x) При низком содержании ниобия и для повышения чувствительности колориметрирования можно пользоваться освещением от ртутно-кварцевой лампы, экранированной молочным стеклом. Однако это возможно только при отсутствии в колориметрируемом растворе следов вольфрама и молибдена. О наличии следов можно судить по коричневому оттенку колориметрируемого раствора.

При анализе ниобиево-танталовых руд сложного состава, например, содержащих цветные металлы, редкоземельные элементы, олово, большие количества вольфрама, а также при анализе молибденовых концентратов тантал и ниобий, после однократного выделения таннином, переосаждают фениларсоновой кислотой из солянокислого раствора, содержащего винную кислоту[2].

Фениларсоновой кислотой вместе с ниобием и танталом осаждаются только цирконий, гафний, олово, частично титан. Ионы фтора мешают осаждению.

По настоящей инструкции тантал и ниобий определяют из разных аликвотных частей одного и того же раствора, полученного при разложении пробы.

В зависимости от состава проб применяют различные способы разложения.

Руды сложного состава, содержащие большие количества вольфрама и молибдена, полиметаллические руды, а также руды неизвестного минералогического состава разлагают сплавлением с едким натром в никелевых или корундовых тиглях. При анализе касситеритовых руд навеску сплавляют с едким натром и металлическим цинком или с едким натром и перекисью натрия.

Бедные ниобиево-танталовые руды с высоким содержанием кремнезема, а также руды, содержащие большие количества флюорита, разлагают фтористоводородной и серной кислотами. Высокотитанистые руды сплавляют с бифторидом калия[x)].

Метод позволяет определять в рудах и горных породах от 0,002 до 5% пятиокиси ниобия и от 0,003 до 0,5 % пятиокиси тантала.

---

x) При анализе руд, содержащих апатит, кальцит, основную массу кальция удаляют предварительной обработкой навески соляной кислотой I:7.

Метод определения тантала с кристаллвиолетом рекомендуется для руд, в которых содержание ниобия превышает содержание тантала не больше, чем в 20 раз.

Допустимые расхождения[8]

| Содержание пятиокиси ниобия или тантала, % | Допустимые расхождения, отн. % |
|---|---|
| I - I0 | I5 - 8 |
| 0,05 - I | 20 - I5 |
| 0,02 - 0,05 | 80 - 20 |
| 0,005- 0,02 | 50 - 80 |

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная, d I,40[x].

2. Кислота серная, d I,84 и разбавленная I:I.

3. Кислота соляная, d I,I9; разбавленная I:I, I:4, I:9 и I:49.

4. Кислота фтористоводородная, 40%-ная.

5. Кислота винная, I5%-ный и 3%-ный растворы.

6. Кислота фениларсоновая, 3%-ный водный раствор.

7. Аммиак, 25%-ный раствор

8. Натр едкий кристаллический и растворы: 20%-ный и 2%-ный.

9. Аммоний азотнокислый, 4%-ный раствор, подкисленный азотной кислотой.

I0. Аммоний хлористый, I%-ный раствор, содержащий несколько капель аммиака.

II. Железо хлорное, 5%-ный раствор.

I2. Калий марганцевокислый, 5%-ный раствор.

---

x) d — относительная плотность

I3.Калий пиросернокислый (пиросульфат калия).

I4. Калий роданистый, 20%-ный раствор.

I5. Натрий фтористый, ч.д.а., 4%-ный раствор. Приготовляют в фарфоровом стакане и хранят в полиэтиленовой посуде.

I6. Олово двухлористое $SnCl_2 \cdot 2H_2O$, I5%-ный раствор в соляной кислоте I:2.

I7 Перекись натрия.

I8. Ацетон перегнанный.

I9. Бензол, для криоскопии.

20. Кристаллвиолет, 0,25%-ный раствор. Навеску 0,25 г кристаллвиолета заливают кипящей водой. Если кристаллы плохо растворяются, стакан нагревают на закрытой плитке при перемешивании в течение I0-20 минут. Разбавляют водой, фильтруют в мерную колбу на I00 мл и доливают до метки водой.

2I. Таннин, I,5%-ный водный раствор, свежеприготовленный[x].

22. Таннин, 0,5%-ный раствор в соляной кислоте I:9. Смешивают равные объемы I%-ного водного раствора таннина и соляной кислоты I:4.

23. Эфир этиловый.

24. Раствор для разбавления. 40г винной кислоты и 40г пиросульфата калия растворяют в воде, прибавляют 20 мл серной кислоты I:I9 и доливают водой до I л.

25. Стандартный раствор тантала. 0,0250 г пятиокиси тантала и 0,0500 г двуокиси циркония[xx] сплавляют в кварце-

x) Некоторые сорта недостаточно чистого таннина соосаждают титан. Новые сорта таннина следует проверять на синтетических смесях или на стандартном образце титанистой руды: одинаковые навески стандартного образца обрабатывают как описано в ходе анализа, применяя разные количества таннина. Правильным будет то количество таннина, при котором полное выделение ниобия достигается с наименьшим захватом титана.

xx) Прибавление двуокиси циркония облегчает сплавление окисей и делает растворы более устойчивыми.

вом тигле с 6–8г пиросульфата калия сначала на плитке, затем на газовой горелке или в электрическом муфеле. Постепенно повышают температуру до 600–700°С и продолжают сплавление еще 10–15 минут, наблюдая за тем, чтобы масса равномерно плавилась, но не вскипала. Сплав охлаждают, прибавляют 5–7 капель серной кислоты d 1,84, нагревают на плитке до прекращения выделения паров серной кислоты и снова сплавляют. Тигель с прозрачным сплавом медленно вращают (1–2 раза). Если при этом образуется корочка, сплавление заканчивают. Остывший сплав вместе с тиглем помещают в стакан, содержащий 150 мл нагретого до кипения 4%-ного раствора оксалата аммония, и непрерывно перемешивают стеклянной палочкой в течение 30–40 мин., поддерживая температуру 80–90°С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 250 мл. Стакан и тигель ополаскивают 50мл 4%-ного раствора оксалата аммония, сливают в ту же колбу и доливают до метки водой. 1 мл раствора содержит 100 мкг пятиокиси тантала.

26. Стандартные растворы ниобия. Раствор А. 0,0250г пятиокиси ниобия сплавляют так же, как пятиокись тантала. После охлаждения сплав вместе с тиглем помещают в стакан, содержащий 70 мл нагретого до кипения 15%-ного раствора винной кислоты, и перемешивают стеклянной палочкой непрерывно в течение 30 – 40 минут при температуре 80–90°С. По охлаждении раствор переносят в мерную колбу на 250 мл, стакан и тигель ополаскивают водой, сливают в ту же колбу и доливают водой до метки. 1 мл раствора А содержит 100 мкг пятиокиси ниобия.

Раствор Б. 50 мл раствора А помещают в мерную колбу на 100 мл и доливают до метки 3%-ным раствором винной кислоты. 1мл раствора Б содержит 50 мкг пятиокиси ниобия.

27. Желатина, 2%-ный раствор, свежеприготовленный. 2г желатины растворяют в 100 мл воды, нагретой до 70°С.

## Аппаратура

I. Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4, экранированная молочным стеклом.

2. Пробирки из тонкого, бесцветного, не содержащего бора стекла, высотой 25 см, внутренним диаметром I,5 см. Пробирки закрываются пришлифованными пробками.

Чтобы проверить пробирки, предназначенные для определения тантала, на содержание в стекле бора, извлекаемого бензолом, в них экстрагируют нулевой раствор как при построении шкалы стандартных растворов (см. ниже).

## Ход анализа[x)]

### I. Разложение проб

а) разложение сплавлением с едким натром.

Навеску 0,I-I,0 г сплавляют с 3-6 г едкого натра в никелевом тигле[xx)]. Сплав выщелачивают в стакан емкостью 600-800 мл небольшим количеством горячей воды. Стенки тигля смывают несколькими мл соляной кислоты I:9 (при большом содержании в пробе титана не следует употреблять больших количеств воды для переносения сплава в стакан). Если пробы не содержат ванадия, молибдена и вольфрама, то к раствору прибавляют 50-60 мл соляной кислоты d I,I9, нагревают до просветления раствора и растворения темных частиц и разбавляют водой до объема 200 мл.

Примечание: Если порода содержит небольшие количества титана (до I% двуокиси титана), то концентрация соляной кислоты может быть снижена: в раствор пе-

x) По ходу анализа ведут глухой опыт.

xx) Если в руде содержатся органические примеси, то ее предварительно обжигают при 600-700°С при достаточном доступе воздуха.

ред кипячением добавляют столько соляной кислоты d I,I9, чтобы содержание ее составляло I0-I2 мл на I00 мл раствора. Не добавляя больше кислоты, раствор охлаждают до I8-20°С и оставляют на несколько часов или на ночь.

Если пробы содержат ванадий, молибден и вольфрам до I-2 %, то сплав выщелачивают небольшим количеством воды в стакан емкостью 600-800 мл и нагревают до его разложения. Раствор нейтрализуют соляной кислотой d I,I9 и прибавляют 3-4 мл избытка. К солянокислому раствору прибавляют 5 мл 5%-ного раствора хлорного железа, нейтрализуют 20%-ным раствором едкого натра до выделения осадка гидроокисей, приливают избыток его I0-20 мл на I00 мл объема, нагревают до кипения и помещают на водяную баню для коагуляции осадка. Остывший раствор фильтруют, осадок промывают на фильтре 3-4 раза 2%-ным раствором едкого натра, переносят вместе с фильтром в стакан, в котором велось осаждение, прибавляют [redacted] 50-60 мл соляной кислоты d I,I9 и разбавляют водой до объема 200 мл[x].

Примечание: Касситеритовые руды разлагают сплавлением с едким натром с добавлением перекиси натрия[xx]. Сплав выщелачивают ~ I00 мл воды, кипятят 5-7 минут, нейтрализуют серной кислотой I:I и добавляют I0-I5 мл избытка ее. Прибавляют по каплям 5%-ный раствор марганцевокислого калия до изменения цвета раствора и кипятят 5-I0 минут, добавляя в случае разрушения окраски перманганата новые порции его до появления розовой окраски. Затем осаждают гидроокиси аммиаком,

---

х) В рудах с высоким содержанием вольфрама осаждение едким натром повторяют 2-3 раза.

хх) Навеску сплавляют до получения однородной массы вишнево-красного цвета со смесью из 6 частей перекиси натрия и 2 частей едкого натра.

добавляя избыток его (I-2 мл). Если раствор не содержит железа или содержит его мало, то перед осаждением добавляют 5 мл 5%-ного раствора хлорного железа. Осадку дают отстояться, затем фильтруют и промывают 3-4 раза I%-ным раствором хлористого аммония с несколькими каплями аммиака. Осадок вместе с фильтром переносят в стакан и растворяют в соляной кислоте. Если проба содержит большие количества ванадия, вольфрама и молибдена, то их отделяют едким натром, как описано выше.

б) разложение смесью кислот[x)]

Навеску I-3 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют I0 мл серной кислоты I:I, I0 мл азотной кислоты $d$ I,40, 20 мл фтористоводородной кислоты, и, изредка перемешивая, нагревают на плитке до обильного выделения паров серной кислоты. Охладив, смывают стенки чашки водой и вновь упаривают до полного удаления избытка серной кислоты. Сухой остаток обрабатывают при нагревании I0-I5 мл соляной кислоты I:I. Содержимое чашки переносят в стакан емкостью 600 мл и нагревают до растворения солей. Если при этом остается нерастворимый остаток, состоящий из неразложившихся минералов, его отфильтровывают и сплавляют с едким натром. Сплав переводят в раствор, который присоединяют к основному раствору в стакане емкостью 600 мл. Добавляют 35-40 мл соляной кислоты $d$ I,I9 и доводят водой до объема 200 мл.

---

x) Разложение кислотами применяют при низком содержании тантала и ниобия, когда необходимо увеличить навеску, или при высоком содержании кремневой кислоты, а также при определении тантала и ниобия в породах, содержащих большие количества флюорита.

2. Выделение пятиокисей тантала и ниобия таннином.

К раствору объемом 200 мл, полученному одним из указанных выше способов, прибавляют медленно, небольшими порциями 100 мл свежеприготовленного 1,5 %-ного водного раствора таннина и фильтробумажную массу (1-2 фильтра диам. 9 см), стакан покрывают часовым стеклом и кипятят раствор 30-40 мин. К горячему раствору прибавляют 100 мл соляной кислоты 1:1, доводят водой до объема 450 мл и охлаждают раствор до 18-20°С. Медленно при помешивании прибавляют 40-50 мл свежеприготовленного 2%-ного раствора желатины и оставляют на ночь.

Таннинновый осадок пятиокисей тантала и ниобия отфильтровывают, промывают соляной кислотой 1:49, помещают вместе с фильтром в платиновую чашку или в большой тигель и озоляют, изредка перемешивая платиновой палочкой для проверки полноты сгорания угля. Остаток после озоления растворяют при слабом нагревании в смеси 1-2 мл серной кислоты 1:1 и 2-3 мл фтористоводородной кислоты. Избыток кислот выпаривают до влажных солей. Количество оставшейся кислоты не должно превышать 2-3 капель. Если остаток окажется сухим, вновь приливают фтористоводородную и серную кислоты, нагревают до полного растворения осадка и выпаривают до объема 2-3 капли или до влажных солей (для полного удаления фтора следует брать такое количество серной кислоты, чтобы пары ее выделялись не менее 15-20 минут). К остатку прибавляют 10-15мл соляной кислоты 1:1 и нагревают на плитке в течение 10-20 минут до растворения солей. Содержимое чашки переносят в стакан емкостью 300-400 мл, чашку смывают 15-20 мл воды, очищают кусочком фильтровальной бумаги и еще раз смывают небольшим количеством воды. Прибавляют 150 мл свежеприготовленного 0,5%-ного солянокислого раствора таннина, немного фильтробумажной массы, стакан покрывают часовым стеклом

и кипятят I5 минут. К горячему раствору прибавляют 50-70 мл соляной кислоты I:4 и оставляют на ночь.

Раствор фильтруют, осадок промывают соляной кислотой I:49. Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель и озоляют в муфельной печи.

3. Выделение пятиокисей ниобия фениларсоновой кислотой

Осадок влажных сернокислых солей, полученный после однократного отделения мешающих элементов таннином и после упаривания с фтористоводородной и серной кислотами, обрабатывают I5 мл I5%-ного раствора винной кислоты и переносят в стакан емкостью 200-300 мл. Чашку смывают I5-20 мл воды, протирают увлажненным фильтром и вновь смывают водой. Прибавляют соляную кислоту с таким расчетом, чтобы раствор был Iн. по соляной кислоте (8,2 мл соляной кислоты d I,I9 на 100 мл раствора), нагревают до кипения и осаждают ниобий и тантал 30-40 мл 8%-ного водного раствора фениларсоновой кислоты[x]. Раствор с осадком нагревают на плитке в течение часа, добавляют фильтробумажную массу и оставляют на ночь. Раствор фильтруют через плотный фильтр, промывают осадок горячим 4%-ным раствором азотнокислого аммония, подкисленным несколькими каплями азотной кислоты, озоляют в кварцевом тигле под тягой и прокаливают в муфельной печи.

Остаток от озонения и прокаливания (фениларсонаты ниобия и тантала) смачивают несколькими каплями серной кислоты d I,84, прибавляют 2 г пиросульфата калия, 0,05 г двуокиси циркония и сплавляют в кварцевом тигле сначала на плитке, затем на газовой горелке и в электрическом муфеле.

---

x) При повышенных содержаниях пятиокисей (выше I%) фениларсоновую кислоту следует прибавлять с избытком (около 25 мл 3%-ного водного раствора на каждые I0 мг пятиокисей).

Постепенно повышают температуру до 600-700°С и продолжают сплавление еще 10-15 мин., наблюдая за тем, чтобы масса плавилась равномерно, но не вскипала. К остывшему сплаву приливают 10-15 мл 15%-ного раствора винной кислоты и нагревают на закрытой плитке в течение 20 минут для растворения сплава. Раствор переносят в мерную колбу на 50 мл и доливают до метки водой.

В аликвотных частях полученного раствора определяют тантал и ниобий.

4. Определение тантала

Из раствора после растворения сульфатов в винной кислоте берут аликвотную часть 2-10 мл (в зависимости от содержания тантала), помещают в делительную воронку[x] емкостью 50-100 мл (или в пробирку с притертой пробкой) и доводят до объема 10 мл раствором для разбавления.

Прибавляют 10 мл бензола, 2 мл 4%-ного раствора фторида натрия, 1 мл 0,25%-ного раствора кристаллвиолета и сразу же экстрагируют в течение 80 секунд. Пробку вынимают и дают стечь с нее жидкости по стенкам делительной воронки (или пробирки), снова закрывают и оставляют на две минуты. Отбирают пипеткой с грушей 7 мл экстракта в цилиндр с притертой пробкой емкостью 10 мл, в который предварительно вливают 3 мл ацетона.

Растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре ФЭКН-54 или 57 с светофильтром № 6 в кювете с толщиной слоя 10 или 20 мм. Раствором сравнения служит бензол. Окраска развивается полностью через 2 минуты и устойчива в течение нескольких часов.

x) Краны делительных воронок нельзя смазывать вазелином.

Следует иметь в виду, что бензол может быть добавлен во все пробы одновременно, остальные реагенты добавляют в указанной последовательности только в одну пробу непосредственно перед экстрагированием. Необходимо также всегда соблюдать одинаковый интервал времени от момента экстракции до смешивания с ацетоном.После смешивания с ацетоном экстракты устойчивы в течение нескольких часов. Параллельно определяют оптическую плотность аликвотной части (2-10 мл) раствора глухого опыта. Содержание пятиокиси тантала в растворе вычисляют по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы на 50 мл наливают 0; 0,1; 0,2; 0,5; 0,8; 1,2; 1,5; 2,0; 2,5 мл стандартного раствора, содержащего 0,1 мг (100 мкг) пятиокиси тантала в 1 мл, и доливают до метки раствором для разбавления. Отбирают по 10 мл от каждого раствора в делительные воронки. Получается серия растворов с содержанием 0,2, 4, 10, 16, 24, 30, 40, 50 мкг пятиокиси тантала.

Прибавляют все реактивы и экстрагируют, как указано в ходе анализа, с соблюдением интервалов времени.

Вычисление результатов анализа. Содержание пятиокиси тантала в исследуемом материале вычисляют по формуле:

$$\% Ta_2O_5 = \frac{(X - X_I) \cdot A}{a \cdot H \cdot 10^6} \cdot 100 = \frac{(X - X_I) \cdot A}{a \cdot H} \cdot 10^{-4}$$

где: X – количество пятиокиси тантала, найденное по калибровочному графику, мкг;

$X_I$ – количество пятиокиси тантала, найденное в растворе глухого опыта, мкг;

A – общий объем испытуемого раствора, мл;

a – объем аликвотной части испытуемого раствора, взятой для определения, мл;

H – навеска, г.

5. Определение ниобия

Из раствора, полученного при растворении сульфатов в винной кислоте, отбирают аликвотную часть I-4 мл (в зависимости от содержания ниобия), помещают в колориметрическую пробирку и доливают 3%-ным раствором винной кислоты до объема 4 мл. Прибавляют 3 мл 20%-ного раствора роданистого калия, 3 мл I5%-ного раствора двухлористого олова и 6 мл соляной кислоты I:I. После добавления каждого реактива пробирку осторожно встряхивают. Затем прибавляют 5 мл этилового эфира и экстрагируют в течение 30 секунд. Окраску эфирного слоя сравнивают с окраской шкалы стандартных растворов при дневном свете или при освещении от ртутно-кварцевой лампы (если не наблюдается разницы в оттенках, указывающей на присутствие вольфрама и молибдена). Параллельно колориметрируют аликвотную часть (I-4 мл) раствора глухого опыта.

Приготовление шкалы стандартных растворов. В колориметрические пробирки наливают 0; 0,03; 0,05; 0,I0; 0,I5;0,20; 0,25; 0,30; 0,35; 0,40 мл стандартного раствора Б, содержащего 50 мкг пятиокиси ниобия в I мл (0; I,5; 2,5; 5,0; 7,5; I0,0; I2,5; I5,0; I7,5; 20,0 мкг пятиокиси ниобия). Доливают до 4 мл 3%-ным раствором винной кислоты и прибавляют реактивы в тех же количествах и в той же последовательности, как и в испытуемые растворы.

Вычисление результатов анализа. Содержание пятиокиси ниобия вычисляют по формуле:

$$\% \ Nb_2O_5 = \frac{(X - X_I) \cdot A}{a \cdot H \cdot 10^6} \cdot 100 = \frac{(X - X_I) \cdot A}{a \cdot H} \cdot 10^{-4}$$

где: X - количество пятиокиси ниобия в растворе шкалы, интенсивность окраски которого соответствует окраске испытуемого раствора, мкг;

$X_I$ – количество пятиокиси ниобия в растворе шкалы, интенсивность окраски которого соответствует окраске раствора глухого опыта, мкг;

A – общий объем испытуемого раствора, мл;

a – объем аликвотной части испытуемого раствора, взятой для определения, мл;

H – навеска, г.

## Литература

I. Алимарин И.П., Подвальная Р.Л. Колориметрическое определение малых количеств ниобия в виде роданидного комплекса. Ж. анал. хим. I, I, 30 (1946).

2. Алимарин И.П., Фрид Б.И. Определение ниобия и тантала с помощью фениларсоновой кислоты. Труды всесоюзной конференции по аналитической химии 2, 348 (1948).

3. Анализ минерального сырья, под редакцией Ю.Н. Книпович и Ю.В. Морачевского. Л., Госхимиздат, 1956, стр. 698-702.

4. Блюм И.А., Иванкова А.И., Семенова Т.В., Соловьян И.Т., Шебалкова Г.Н. Методы неорганического анализа с применением арилметановых красителей. Методические материалы для лабораторий геологических управления и экспедиций. М., ВИМС, Бюлл. № 12 (200), I (1959).

5. Боровикова А.Л. Колориметрическое определение тантала с кристаллвиолетом и ниобия с роданидом из одной навески. Методические материалы для лабораторий геологических управления и экспедиций, М., ВИМС, Бюлл. № 7 (219), 10 (1961).

6. Быкова В.С., Скрижинская В.И. Методы определения малых количеств ниобия и тантала в минеральном сырье. Зав.лаб. 25, 5, 523 (1960).

7. Быкова В.С., Скрижинская В.И. Фотометрическое оп-

ределение тантала с кристаллическим фиолетовым. Труды института геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии. Вып. "Методы химического анализа минералов". Изд. АН СССР, Москва, 1966.

8. Временная инструкция по внутрилабораторному контролю МГ и ОН СССР, 1960.

9. Гуркина Т.В., Пашевкина О.Н. Определение ниобия в ванадиевых рудах. Материалы УШ совещания работников лабораторий геологических организаций. Вып. 3, М., ВИМС, 1961,стр. 66.

10. Павлова Н.Н., Блюм И.А. Экстракционно-фотометрическое определение тантала с бутилродамином Б и родамином 6Ж. Зав. лаб. 28, 11, 1305 (1962).

11. Павлова Н.Н., Блюм И.А. Экстракционно-фотометрический метод определения тантала с родамином 6Ж. Методы химического анализа минерального сырья, вып. 7, ВИМС, Госгеолтехиздат, 1963, стр. 58.

12. Подуэктов Н.С., Кононенко Л.И., Лауэр Р.С. Экстракционно-фотометрическое определение тантала, бора, индия и рения. Ж. анал. хим. 13, 4, 396 (1958).

Технический редактор Л.Н.Хорошева
Корректор Н.Т.Осипенко

Сдано в печать 10/IX-66г. Подписано к печати 18/XI-66г.
Л81768 Заказ № 135 Уч.изд.л.0,9 Тираж 900 экз.

Москва , Старомонетный пер.,29 .ОЛП ВИМСа

# К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

| Категория анализа | Наименование анализа | Назначение анализа | Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля | Коэффициент к допускам |
|---|---|---|---|---|
| I. | Особо точный анализ | Арбитражный анализ, анализ эталонов | Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков | 0,33 |
| II. | Полный анализ | Полные анализы горных пород и минералов. | Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5% | |
| III. | Анализ рядовых проб | Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах. | Ошибки анализа должны укладываться в допуски | I |
| IУ. | Анализ технологических продуктов | Текущий контроль технологических процессов | Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком. | I-2 |
| У. | Особо точный анализ геохимических проб | Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях. | Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком. | 0,5 |
| УI. | Анализ рядовых геохимических проб. | Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью. | Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком. | 2 |
| УII. | Полуколичественный анализ | Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах | При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок. | |
| УIII. | Качественный анализ | Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье. | Точность определения не нормируется | |

gost.e-ecolog.ru