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



Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция № 52-Х

ТАНТАЛ И НИОБИЙ

МОСКВА - 1986 г.

gost.e-ecolog.ru

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 52 - Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - II категория - при содержании 1,5 - 0,01% и для анализа технологических продуктов - IУ категория - при содержании выше ,5 %.

(Протокол № 8 от 18.УI.66 г.)

Председатель НСАМ В.Г.Сочеванов

Председатель секции химико-аналитических методов К.С.Пахомова

Ученый секретарь Р.С. Фридман

Инструкция № 52 - 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 с введением в действие

с 1 октября 1966 г.

УНИФИЦИРОВАННЫЙ МЕТОД КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА И НИОБИЯ В РУДАХ И ГОРНЫХ ПОРОДАХ С ПИРОГАЛЛОЛОМ[x)]

Сущность метода

Метод, разработанный М.С. Платоновым и Н.Ф. Кривошлыковым[7], основан на способности тантала и ниобия в щавелево-кислых растворах давать комплексные соединения с пирогаллолом, окрашенные в желтый цвет.

По данным И.П. Алимарина (1950) окраска соединения тантала с пирогаллолом наиболее интенсивна в пределах pH=0,5-2,0. При более высокой, а также при более низкой концентрации водородных ионов интенсивность окраски раствора уменьшается, а при pH=4,5 окраска полностью исчезает.

Окрашенный комплекс ниобия с пирогаллолом, в отличие от комплекса тантала, начинает образовываться при pH=2,5-3,0, а максимальное развитие окраски наступает при pH около 6-7. Необходимую концентрацию водородных ионов в данном методе устанавливают с помощью сульфита натрия. Интенсивность окраски достигает максимума тотчас же и устойчива в продолжение 8-10 часов, что позволяет определять тантал и ниобий методом колориметрического титрования. Чувствительность определения ниобия и тантала с пирогалловой кисло-

---

x) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1966 г, на основании унификации методов, применяемых в лабораториях ВИМСа, ВСЕГЕИ и ЦЛ Иркутского ГУ.

той составляет 5 мкг пятиокиси ниобия и 5 мкг пятиокиси тантала в I мл.

Интенсивность окраски раствора тантала и ниобия зависит от концентрации пирогаллола, поэтому содержание его в растворах должно быть всегда постоянным. Концентрация пирогаллола в конечном растворе составляет 2,4 %.

Кроме тантала и ниобия окрашенные соединения с пирогаллолом образуют титан, молибден, железо, ванадий, вольфрам и уран[5]. Титан и вольфрам особенно сильно мешают определению тантала и ниобия как в кислой, так и в щелочной среде, так как их комплексы с пирогаллолом имеют желтый цвет. Реакция титана с пирогаллолом в несколько раз чувствительнее реакции тантала и ниобия.

Для отделения от титана и других элементов, мешающих колориметрическому определению, тантал и ниобий выделяют таннином[8] при содержании соляной кислоты в конечном растворе I:4, I:5[2]. Полноту выделения микрограммовых количеств тантала и ниобия обеспечивают достаточно длительным кипячением раствора в присутствии фильтробумажной массы в качестве адсорбента. Можно также использовать желатину, которая в сочетании с таннином способствует более быстрой и полной коагуляции осадка.

При таннинном осаждении высокая кислотность способствует удержанию титана в растворе, но препятствует полноте выделения тантала и ниобия. Однако уже выделенный таннином осадок земельных кислот почти не растворяется при последующем прибавлении значительных количеств соляной кислоты.

Образующееся в солянокислом растворе соединение титана с таннином достаточно хорошо растворимо при кипячении, но при остывании раствора и при низкой кислотности титан

начинает выпадать в осадок. Добавка кислоты к еще не остывшему раствору после осаждения тантала и ниобия удерживает титан в растворе без заметных потерь тантала и ниобия.

Таннином осаждаются также вольфрам и частично цирконий, олово, титан, ванадий[6] и молибден[1]. Цирконий и олово не дают цветной реакции с пирогаллолом; титан и большие количества вольфрама, как уже сказано выше, мешают определению. Влияние микрограммовых количеств титана компенсируют в ходе анализа, определяя его в аликвотной части раствора по реакции с перекисью водорода и добавляя соответствующее количество титана в стандартный раствор при колориметрическом определении тантала и ниобия с пирогаллолом. При содержании в аликвотной части раствора более 10-15 мкг двуокиси титана осаждение таннином повторяют.

Если в пробах присутствуют вольфрам, молибден и ванадий, их отделяют раствором едкого натра еще до осаждения тантала и ниобия таннином. Если пробы не содержат вольфрама и содержат не более 0,01% молибдена и ванадия, осаждение гидроокисей раствором едкого натра опускают[1,6].

В зависимости от состава проб применяют различные способы их разложения.

Руды сложного состава, содержащие большие количества вольфрама, молибдена, полиметаллические руды, а также руды неизвестного минералогического состава разлагают сплавлением с едким натром в никелевых или корундовых тиглях. Для разложения касситеритовых руд при сплавлении добавляют металлический цинк или перекись натрия.

Бедные руды с высоким содержанием кремнезема, а также руды, содержащие флюорит, разлагают фтористоводородной и серной кислотами. Высокотитанистые руды сплавляют с бифторидом калия.

Руды, содержащие апатит, кальцит, предварительно выщелачивают разбавленной соляной кислотой для удаления основной массы кальция.

Метод рекомендуется для определения пятиокисей тантала и ниобия в горных породах и рудах разнообразного состава при их содержании от сотых долей процента до I-2%.

Допустимые расхождения[4]

Содержание пятиокиси тантала и ниобия, %	Допустимые расхождения, отн.%	
	пятиокись тантала	пятиокись ниобия
I,0 - I0,0	I0 - 5	I5 - 8
0,05- I,0	I5 - I0	20 - I5
0,02- 0,05	25 - I5	30 - 20

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная, d I,40[x]).

2. Кислота серная, d I,84; разбавленная I:I и I:9.

3. Кислота соляная, d I,I9; разбавленная I:I, I:4, I:9; I:I8 и I:49.

4. Кислота фтористоводородная, 40%-ная.

5. Аммиак, 25%-ный раствор.

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

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

8. Аммоний щавелевокислый кристаллический и 4%-ный раствор.

9. Железо хлорное, 5%-ный раствор.

I0. Калий марганцевокислый, 5%-ный раствор.

II. Калий пиросернокислый (пиросульфат калия).

x) d -относительная плотность.

I2. Перекись водорода, 30%-ный раствор (пергидроль).

I3. Перекись натрия.

I4. Пирогаллол, 6%-ный водный раствор. Готовят перед употреблением из препарата ч.д.а. Раствор должен быть почти бесцветным.

Так как водные растворы пирогаллола быстро окисляются, их стабилизируют серной кислотой или сульфатом натрия.

Раствор А. Для колориметрического определения тантала. К I00 мл 6%-ного водного раствора пирогаллола добавляют 0,5 мл серной кислоты I:I.

Раствор Б. Для колориметрического определения ниобия. I00 мл 6%-ного водного раствора пирогаллола смешивают со I00 мл насыщенного сульфита натрия.

Стабилизированные растворы пирогаллола при хранении в темной склянке устойчивы в течение нескольких дней.

I5. Таннин, I,5%-ный водный раствор, свежеприготовленный[x)].

I6. Таннин, I%-ный раствор в соляной кислоте 2:7. 50мл соляной кислоты I:7 вливают в 50 мл 2%-ного водного раствора таннина.

I7. Раствор для разбавления. 4 г оксалата аммония и 2,5 г пиросульфата калия растворяют в I20 мл воды.

I8. Стандартные растворы тантала и ниобия. 0,0250 г пятиокиси тантала (пятиокиси ниобия) сплавляют в кварцевом тигле с 5-6 г пиросульфата калия сначала на электрической

x) Некоторые сорта недостаточно чистого таннина сильно соосаждают титан с земельными кислотами, а также осаждают молибден, который чистым таннином из кислой среды не осаждается. При работе с таким таннином следует уменьшить его концентрацию в испытуемом растворе до 0,2-0,3 %. 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, при котором полное выделение ниобия достигается с наименьшим захватом титана[3].

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 перемешивают непрерывно стеклянной палочкой в течение 30–40 минут при температуре 80–90°С. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу на 250 мл. Стакан и тигель смывают в колбу 50 мл 4%-ного раствора оксалата аммония и доливают раствор в колбе водой до метки. 1 мл раствора содержит 100 мкг пятиокиси тантала (пятиокиси ниобия).

19. Стандартный раствор титана. Раствор А (запасной): 1,5 г титанофтористого калия помещают в платиновую чашку, прибавляют 60–80 мл серной кислоты 1:1 и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты. По охлаждении стенки смывают водой, раствор снова выпаривают до появления густых паров серной кислоты и еще несколько минут. Обработку водой и упаривание повторяют не менее трех раз для полного удаления фтора. Содержимое чашки переносят в мерную колбу на 500 мл и учитывая приблизительно количество серной кислоты, оставшейся в чашке, прибавляют серную кислоту 1:1 с таким расчетом, чтобы после добавления воды до метки содержание серной кислоты в растворе соответствовало приблизительно 30 мл кислоты d 1,84. 1 мл раствора содержит около 1 мг двуокиси титана.

Точное содержание двуокиси титана в растворе устанав-

ливают весовым путем. Отбирают пипеткой две аликвотные части раствора по 50 мл, разбавляют водой до 100 мл, добавляют фильтробумажной массы, нагревают до кипения, осаждают 25%-ным аммиаком гидроокись титана и оставляют в теплом месте для коагуляции. Раствор фильтруют и промывают осадок горячим 2%-ным раствором азотнокислого аммония до удаления щелочных солей. Фильтр с осадком помещают во взвешенный тигель, озоляют и остаток прокаливают до постоянного веса.

Содержание двуокиси титана в 1 мл раствора определяют по формуле:

$$TiO_2 = \frac{a}{50}$$

где: а – вес двуокиси титана, г;

50 – объем раствора, взятого для определения, мл.

Раствор Б. В мерную колбу на 1 л отбирают такой объем запасного стандартного раствора А, чтобы содержание двуокиси титана в нем равнялось 100 мг, разбавляют серной кислотой 1:9 до метки и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 100 мкг двуокиси титана.

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

Специальная посуда

Колориметрические пробирки из бесцветного стекла диаметром 1,2 – 1,5 см и высотой 15–20 см.

Ход анализа

Разложение материала. Выделение суммы пятиокисей тантала и ниобия

а) Разложение смесью кислот. Навеску 1-3 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 10 мл серной кислоты 1:1, 10 мл азотной кислоты d 1,40, 20 мл фторис-

товодородной 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 10-15 мл соляной кислоты 1:1. Содержимое чашки переносят в стакан емкостью 600 мл и нагревают до растворения солей. При этом может остаться нерастворимый остаток, состоящий из неразложившихся минералов. Его отфильтровывают, сплавляют с едким натром или со смесью едкого натра и перекиси натрия (в зависимости от состава неразложившихся минералов) и сплав переводят в раствор, который присоединяют к основному раствору в стакане емкостью 600 мл. Прибавляют 35-40 мл соляной кислоты d 1,19 и разбавляют водой до объема 200 мл.

Примечание: Пробы, содержащие большое количество кальция (кальцит, апатит и др.) перед разложением выщелачивают соляной кислотой. Навеску помещают в стакан, заливают 100-200 мл соляной кислоты 1:18 и нагревают до кипения. Нерастворимый остаток отфильтровывают, промывают 2-3 раза горячей водой, озоляют в платиновой чашке и разлагают по ходу анализа (см. § а). В солянокислый фильтрат объемом 200-300 мл добавляют 5 мл 5%-ного раствора хлорного железа и осаждают гидроокиси совместно со следами земельных кислот 20%-ным раствором едкого натра, прибавляя его с таким избытком, чтобы в конечном растворе содержание его составляло 2-3 %. Раствор кипятят 10-15 мин. и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают, промывают 3-4 раза 2%-ным раствором едкого натра. Осадок с фильтром помещают в стакан, в котором велось осаждение, прибавляют соляную кислоту до растворения осадка, разрыхляют фильтр стеклянной палочкой и объединяют с раствором, полученным при разложении нерастворимого остатка смесью кислот.

К подготовленному таким образом раствору прибавляют медленно небольшими порциями 100 мл 1,5%-ного водного раствора таннина и фильтробумажную массу, закрывают стакан стек-

лом и кипятят раствор 30-40 минут. К горячему раствору прибавляют 100 мл соляной кислоты 1:1, доливают водой до 450 мл и охлаждают раствор до 18-20°С. Медленно, при перемешивании прибавляют 40-50 мл 2%-ного свежеприготовленного раствора желатины и оставляют на ночь[x].

Если руды содержат значительные количества молибдена, ванадия и вольфрама, для отделения от этих элементов тантал и ниобий осаждают раствором едкого натра. Ход анализа при этом изменяется следующим образом: после разложения навески кислотами и обработки сухого остатка при нагревании 10-15 мл соляной кислоты 1:1 содержимое чашки переносят водой в стакан емкостью 600 мл и нагревают до растворения солей (см. выше). При малом содержании железа прибавляют 5 мл 5%-ного раствора хлорного железа и осаждают земельные кислоты вместе с гидроокисями 20%-ным раствором едкого натра, прибавляя его с таким избытком, чтобы в конечном растворе содержание NaOH составляло 2-3%. Раствор кипятят 10-15 мин и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают и промывают 3-4 раза 2%-ным раствором едкого натра. Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором велось осаждение, прибавляют соляную кислоту до растворения осадка, разрыхляют фильтр стеклянной палочкой, разбавляют раствор водой до 300 мл, прибавляют 50-60 мл соляной кислоты d 1,19 и медленно, небольшими порциями, 100 мл 1,5 %-ного водного раствора таннина. Закрывают стакан стеклом и кипятят 30-40 минут. К горячему раствору прибавляют 100 мл соляной кислоты 1:1, доливают водой до 450 мл и охлаждают раствор до 18-20°С. Медлен-

x) Если порода содержит небольшие количества титана (до 1% двуокиси титана), то в раствор перед кипячением добавляют столько соляной кислоты, чтобы содержание ее составляло 10-12 мл на 100 мл раствора. Не добавляя больше кислоты (в отличие от проб с высоким содержанием титана), раствор охлаждают до 18-20°С, добавляют желатину и оставляют на несколько часов или на ночь.

но, при помешивании прибавляют 40-50 мл 2%-ного свежеприготовленного раствора желатины и оставляют на ночь.

б) Разложение сплавлением с едким натром[x]. Если содержание тантала и ниобия позволяет брать навески на более одного грамма, то кислотное разложение можно заменить щелочным сплавлением. Навеску 0,2-1 г сплавляют в корундовом или никелевом тигле с 3-6 г едкого натра. Сплав выщелачивают водой в стакан емкостью 500-600 мл, растворяя приставшие к стенкам тигля частицы в небольшом количестве соляной кислоты 1:9. При большом содержании титана не следует употреблять больших количеств воды для перенесения сплава в стакан. К раствору прибавляют 50-60 мл соляной кислоты d 1,19, нагревают до просветления раствора и растворения темных частиц, разбавляют водой приблизительно до 200 мл, прибавляют медленно, небольшими порциями 100 мл свежеприготовленного 1,5%-ного водного раствора таннина и фильтробумажную массу (1-2 фильтра диаметром 9 см). Стакан покрывают часовым стеклом и раствор кипятят 30-40 минут. К горячему раствору прибавляют 100 мл соляной кислоты 1:1, доливают водой до 450 мл и охлаждают раствор до 18-20°С. Медленно при помешивании прибавляют 40-50 мл 2%-ного раствора желатины и оставляют на ночь.

Таннинновый осадок пятиокисей тантала и ниобия, полученный одним из описанных способов, отфильтровывают (фильтр средней плотности с белой лентой) и промывают соляной кислотой 1:49. Осадок вместе с фильтром помещают в платиновый тигель, подсушивают и озоляют фильтр.

---

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

Примечание: Касситеритовые руды разлагают сплавлением с едким натром и перекисью натрия или с едким натром и металлическим цинком[x]. Сплав выщелачивают ~ 100 мл воды. Кипятят 5-7 минут, нейтрализуют серной кислотой 1:1 и добавляют 10-15 мл избытка ее. Прибавляют по каплям 5%-ный раствор марганцевокислого калия до изменения цвета раствора и кипятят 5-10 минут, добавляя в случае разрушения окраски перманганата новые порции его до появления розовой окраски. Затем осаждают гидроокиси аммиаком, добавляя избыток его 1-2 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 1%-ным раствором хлористого аммония с несколькими каплями аммиака. Осадок вместе с фильтром переносят в стакан, растворяют в соляной кислоте и далее осаждают пятиокиси ниобия и тантала либо таннином, либо едким натром, а затем таннином, в зависимости от количества присутствующих в пробе молибдена, ванадия и вольфрама.

Остаток после озоления, содержащий пятиокиси ниобия и тантала, растворяют при слабом нагревании в смеси 5 мл фтористоводородной кислоты и 1 мл серной кислоты 1:1. После полного растворения избыток кислот выпаривают до влажных солей, причем количество оставшейся серной кислоты не должно превышать 2-3 капель. Если остаток окажется сухим, то вновь приливают фтористоводородную и серную кислоту, следя за тем, чтобы осадок растворился полностью при нагревании, выпари-

---

x) Навеску сплавляют до получения однородной массы вишнево-красного цвета со смесью из 6 частей перекиси натрия и 2 частей едкого натра. Сплавление с едким натром и металлическим цинком выполняют следующим образом: едкий натр в 5-8-кратном по отношению к величине навески количестве обезвоживают в железном или никелевом тигле. Навеску тонкоизмельченной пробы высыпают на несколько остывшую щелочь и сплавляют до вишнево-красного цвета расплавленной массы. В горячий сплав вносят около 0,5 г тонкоизмельченного металлического цинка, покрывают тигель железной крышкой и сплавляют еще 5-10 мин при 500-600°С.

вают до объема 2-3 капель 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 в тигле приливают 10-15 мл соляной кислоты 1:1 и нагревают на плитке в течение 10-20 минут до растворения солей. Содержимое тигля переносят в стакан емкостью 300-400 мл, тигель ополаскивают 20-30 мл горячей воды и обтирают его стенки кусочком фильтра. Приливают 100-150 мл 1%-ного солянокислого раствора таннина, прибавляют немного фильтробумажной массы и кипятят 30-40 минут. К горячему раствору прибавляют 50-70 мл соляной кислоты 1:4 и оставляют на ночь. Раствор фильтруют, осадок промывают горячей соляной кислотой 1:49, переносят в кварцевый тигель[х], подсушивают и озоляют фильтр.

Примечание: При высоком содержании титана (от 1 до 10 %)последнюю операцию повторяют, начиная с растворения прокаленных пятиокисей в фтористоводородной и серной кислотах. После вторичной обработки таннином в осадке пятиокисей остается незначительное количество титана.

Осадок пятиокисей ниобия и тантала прокаливают , прибавляют 0,5 - 0,6 г пиросульфата калия[хх], обезвоживают его при низкой температуре, а затем повышают температуру до 700-800°С и сплавляют до видимого исчезновения твердых час-

---

х) Прокаливать осадок в платиновом тигле нельзя, так как платина, переходя в раствор, дает с пирогаллолом окраску, мешающую колориметрическому определению тантала и ниобия.

хх)При сплавлении пятиокисей тантала и ниобия с пиросульфатом калия следует избегать прибавления избытка пиросульфата, чтобы не вызвать в дальнейшем затруднений с растворением сплава. Пятиокиси следует переводить в раствор в день колориметрирования, так как щавелевокислый раствор, содержащий титан, при стоянии может приобрести желтую окраску, что мешает колориметрированию (особенно тантала).

тиц. Сплав охлаждают, прибавляют 2-3 капли серной кислоты d I,84 и снова сплавляют до получения прозрачного сплава и прекращения выделения паров серной кислоты. Прибавляют I г оксалата аммония, I0-I5 мл воды и нагревают в течение 20-30 минут при 80-90°С до растворения сплава. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 25 мл, доливают до метки водой и перемешивают. В полученном растворе определяют титан, захваченный осадком ниобия и тантала, тантал и ниобий методом колориметрического титрования.

Определение титана

Из раствора в мерной колбе (25 мл) берут аликвотную часть объемом 5 мл и переносят в пробирку для колориметрирования. В другую такую же пробирку наливают около 5 мл раствора для разбавления. В обе пробирки вводят до I мл серной кислоты I:I, по I-2 капли пергидроля и перемешивают. В пробирку с раствором для разбавления приливают из микробюретки такое количество стандартного раствора титана (раствор А), чтобы интенсивность окраски растворов в обеих пробирках сравнялась.

Вычисление результатов анализа: Содержание двуокиси титана в I мл испытуемого раствора вычисляют по формуле:

$$\text{мкг/мл } TiO_2 = \frac{А \cdot Б}{5}$$

где: А – количество двуокиси титана в I мл стандартного раствора, мкг;

Б – объем стандартного раствора, пошедшего на титрование, мл;

5 – объем аликвотной части испытуемого раствора, взятой для определения, мл.

Определение тантала

Из раствора в мерной колбе (25 мл) берут I-5 мл и переносят в пробирку для колориметрирования. В отобранной аликвотной части должно содержаться не более I0-I5 мкг двуокиси титана. Если для этого приходится брать меньше 5 мл, то следует довести до этого объема раствором для разбавления. В другую такую же пробирку наливают около 5 мл раствора для разбавления и соответствующее количество стандартного раствора двуокиси титана. В обе пробирки приливают по I мл серной кислоты I:9, по 4 мл раствора пирогаллола (раствора А) и перемешивают. В пробирку с раствором для разбавления приливают небольшими порциями из микробюретки такое количество стандартного раствора тантала, чтобы интенсивность окраски в обеих пробирках сравнялась. После прибавления каждой порции раствор перемешивают. Объемы уравнивают раствором для разбавления.

Интенсивность окраски сравнивают на фоне молочного стекла или листе белой бумаги, просматривая растворы сверху или сбоку (в зависимости от концентрации тантала).

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

$$\%Ta_2O_5 = \frac{T \cdot C \cdot A}{a \cdot H \cdot 10^6} \cdot 100 = \frac{T \cdot C \cdot A}{a \cdot H} \cdot 10^{-4}$$

где: Т – титр стандартного раствора, выраженный в мкг/мл пятиокиси гантала;

С – объем стандартного раствора, израсходованного на титрование, мл;

А – общий объем испытуемого раствора, мл. (25 мл);

а – объем аликвотной части раствора, взятой для определения тантала, мл;

Н – навеска, г.

Определение ниобия

Из раствора в мерной колбе (25 мл) берут I-5 мл и помещают в пробирку для колориметрирования. В отобранной аликвотной части должно содержаться не более I0-I5 мкг двуокиси титана. Если для этого приходится брать меньше 5 мл, следует довести до этого объема раствором для разбавления. В другую такую же пробирку наливают около 5 мл раствора для разбавления и соответствующее количество стандартного раствора двуокиси титана. В обе пробирки прибавляют по 8 мл раствора пирогаллола с сульфитом натрия (раствор Б), пробирки закрывают пробками и растворы тщательно перемешивают. В пробирку с раствором для разбавления приливают небольшими порциями из микробюретки такое количество стандартного раствора ниобия, чтобы интенсивность окраски в обеих пробирках сравнялась. После каждого прибавления стандартного раствора ниобия раствор перемешивают. Объемы растворов в обеих пробирках уравнивают раствором для разбавления. Интенсивность окраски сравнивают так же, как и при определении тантала.

Вычисление результатов анализа. Содержание пятиокиси ниобия в исследуемом материале вычисляют по той же формуле, что и содержание пятиокиси тантала.

Литература

I. Боровикова А.Л. Колориметрическое определение тантала с кристаллвиолетом и ниобия с роданидом из одной навески. Методические материалы для лабораторий геологических управлений и экспедиций. М.,ВИМС, Бюллетень № 7 (2I9), I0(I96I)

2. Быкова В.С. Пирогалло-таннинный метод определе-

ния ниобия и тантала. Анализ минерального сырья. 1956, стр. 698.

3. Быкова В.С., Скрижинская В.И. Методы определения малых количеств ниобия и тантала в минеральном сырье. Зав. лаб. 26, № 5, 523 (1960).

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

5. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М., Госхимиздат, 1957, стр. 606-631.

6. Гуркина Т.В., Пашевкина О.Н. Определение ниобия в ванадиевых рудах. Материалы УШ совещания работников лабораторий геологических организаций, выпуск 8, М., ВИМС, 1961 стр. 66.

7. Платонов М.С., Кривошлыков Н.Ф. Открытие и колориметрическое определение ниобия и тантала. Труды Всесоюзной конференции по аналитической химии, т. П, 1948, стр. 359.

8. Шеллер В.Р., Поуэлл А.Р. Анализ минералов и руд редких элементов. М.,Госгеолтехиздат, 1962.

Технический редактор Л.Н.Хорошева
Корректор Л.Д.Шалина

Сдано в печать 10/IX-66г. Подписано к печати 18/XI-66г.
ЛВ1763 Заказ № 134 Уч.-изд. л.0,8 Тираж 900 экз.

Москва , Старомонетный пер.,29. ОНП 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
УП.	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах	При определении содержания элемента допускается отклонение на 0,5-I порядок.	
УШ.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru