УДК 669.85/.86.018:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Метод определения тантала

ГОСТ 25278.14—87

Alloys and foundry alloys of rare metals. Method for determination of tantalum

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала (от 4 до 35 %) в сплавах на основе ниобия и гафния.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

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

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 500 $см^3$.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$.

Пипетки с поршнем с делениями вместимостью 10 $см^3$.

Пробирки стеклянные вместимостью 20 $см^3$.

Штатив для пробирок, оклеенный черной бумагой.

gost.e-ecolog.ru

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 50 $см^3$.

Секундомер или песочные часы на 1 и 3 мин.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204–77 и раствор 9 моль/$дм^3$.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484–78 и раствор 2 моль/$дм^3$.

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344–78, предварительно прокаленный при 200–250°С в течение 5–10 мин. Плав охлаждают, разбивают на куски, помещают в банку с притертой пробкой.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951–79, раствор 50 г/$дм^3$ (отфильтрованный через фильтр средней плотности „белая лента"); готовят в день употребления.

Раствор для разбавления, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ приливают 200 $см^3$ раствора виннокислого аммония 50 г/$дм^3$, добавляют 20 $см^3$ раствора серной кислоты 9 моль/$дм^3$ и доводят до метки водой. Раствор готовят в день употребления.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712–78, раствор 50 г/$дм^3$.

Ацетон по ГОСТ 2603–79.

Толуол по ГОСТ 5789–78.

Смесь толуола с ацетоном с соотношением объемов 9:1, готовят в день употребления.

Бриллиантовый зеленый, раствор 15 г/$дм^3$, готовят следующим образом: 7,5 г красителя растворяют в 500 $см^3$ воды при нагревании не выше 60°С, оставляют стоять в затемненном месте в течение 2–3 дней, затем отфильтровывают через 2 плотных фильтра („синяя лента"); раствор хранят в темных склянках.

Тантала (V) окись, содержащая не менее 99,9 % основного вещества.

Тантал металлический, содержащий не менее 99,9 % тантала, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор тантала (запасной), содержащий 0,5 мг/$см^3$ тантала: 0,1 г металлического тантала или 0,1221 г окиси тантала помещают в кварцевый тигель, добавляют 3–4 г пиросульфата натрия и сплавляют в муфеле при 800–900°С до получения прозрачного плава. Если сплавление происходит неполностью, плав охлаждают, добавляют 3–5 капель концентрированной серной кислоты и вновь сплавляют до получения жидкого прозрачного плава. При необходимости процедуру доплавления повторяют 2–3 раза с добавлением концентрированной серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 50 $см^3$ горячего раствора щавелевокислого аммония, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, охлаждают, доводят до метки раствором щавелевокислого аммония и перемешивают.

Раствор тантала (рабочий), содержащий 10 мкг/$см^3$ тантала, готовят в день употребления следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ переносят пипеткой 1 $см^3$ стандартного запасного раствора тантала, добавляют 4 $см^3$ раствора серной кислоты концентрацией 9 моль/$дм^3$ и доводят до метки раствором виннокислого аммония.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 3–4 г пиросульфата натрия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700–800° С до получения прозрачного плава. Если сплавление происходит неполностью, плав охлаждают, добавляют 3–5 капель концентрированной серной кислоты и вновь сплавляют до получения жидкого прозрачного плава. При необходимости процедуру доплавления повторяют 2–3 раза с добавлением концентрированной серной кислоты; затем серную кислоту полностью удаляют нагреванием до прекращения выделения паров серной кислоты.

Плав растворяют при кипячении в 30 $см^3$ раствора виннокислого аммония, переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, охлаждают, доводят до метки раствором виннокислого аммония, перемешивают. Отбирают пипеткой 1 $см^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ раствора серной кислоты 9 моль/$дм^3$, доводят до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают.

3.2. Для определения тантала в кварцевый цилиндр отбирают 2 $см^3$ полученного раствора, разбавляют до 10 $см^3$ раствором для разбавления, добавляют 10 $см^3$ смеси толуола с ацетоном, 2 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты 2 моль/$дм^3$, 1 $см^3$ раствора бриллиантового зеленого. Энергично встряхивают цилиндр в течение 1 мин. Через 3 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем 7 $см^3$ экстракта, который переносят в пробирку, содержащую 3 $см^3$ ацетона. Измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 640 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

3.3. Контрольный опыт проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб. Оптическая плотность раствора контрольного опыта по отношению к воде не должна превышать 0,02–0,03, в противном случае меняют реактивы.

Массу тантала находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертыми пробками приливают 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 $см^3$ рабочего раствора тантала, что соответствует 1, 2, 4, 8, 10, 15, 20, 25, 30, 35 и 40 мкг тантала, разбавляют до 10 $см^3$ раствором для разбавления, добавляют 10 $см^3$ смеси толуола с ацетоном, 2 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты 2 моль/$дм^3$; 1 $см^3$ раствора бриллиантового зеленого. Энергично встряхивают цилиндры в течение 1 мин. Через 3 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем 7 $см^3$ экстракта, который переносят в пробирку, содержащую 3 $см^3$ ацетона. Измеряют оптические плотности экстрактов на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 при λ_{max} = 640 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах оптическая плотность – масса тантала. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1 Массовую долю тантала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot V_3} \cdot 10^{-4},$$

где m – масса тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

V – вместимость мерной колбы при первом разбавлении, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы при втором разбавлении, см^3;

V_2 – объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, см^3;

V_3 – объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Допускаемые расхождения, %	Массовая доля тантала, %	Допускаемые расхождения, %
4,0	0,3	20,0	1,4
6,0	0,4	22,0	1,5
8,0	0,5	24,0	1,6
10,0	0,7	26,0	1,7
12,0	0,8	28,0	1,8
14,0	0,9	30,0	1,9
16,0	1,0	35,0	2,2
18,0	1,2		

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е.С. Данилин, Т.М. Малютина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 октября 1987 г. № 4091**

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

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 2603–79	2
ГОСТ 4204–77	2
ГОСТ 4951–79	2
ГОСТ 5712–78	2
ГОСТ 5789–78	2
ГОСТ 10484–78	2
ГОСТ 18344–78	2
ГОСТ 26473.0–85	1.1

gost.e-ecolog.ru