Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения тантала

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of tantalum

ГОСТ 23862.30—79

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения тантала (от $2 \cdot 10^{-2}$ % до $3 \cdot 10^{-1}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на экстракции фторотанталата кристаллического фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатнотартратной среды и последующем измерении оптической плотности экстракта. Содержание тантала находят по градуировочному графику.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0 — 79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56, спектрофотометр или аналогичный прибор.
Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 800 °С.
Плитка электрическая.
Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 80 $см^3$.
Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью 15 $см^3$.
Пипетки из полиэтилена.
Колбы мерные вместимостью 100, 200 $см^3$.
Воронки конические.
Стаканы вместимостью 100, 250 $см^3$.
Тигли кварцевые вместимостью 40—80 $см^3$.
Пипетки стеклянные вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$.
Стекла часовые.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1:1 и раствор с массовой долей 1 %.
Таннин (светлый) растворы с концентрацией 100 и 5 г/$дм^3$ в растворе соляной кислоты с массовой долей 1 %.
Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 5 моль/$дм^3$ раствор.
Натрий пиросернокислый по НТД, ч. д. а., раствор с концентрацией 40 г/$дм^3$.
Аммоний виннокислый по НТД, растворы с концентрацией 100 и 40 г/$дм^3$.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х.ч., концентрированный и разбавленный 1 : 9.
Раствор для разбавления: 10 г пиросернокислого натрия, прокаленного до удаления паров

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7—85, 8—90).

gost.e-ecolog.ru

серной кислоты, растворяют в 200 $см^3$ горячего раствора виннокислого аммония (100 $г/дм^3$), приливают 5 $см^3$ концентрированного аммиака, 100 $см^3$ воды, 45 $см^3$ 5 $моль/дм^3$ серной кислоты и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ водой до метки (pH раствора равен 1—1,3).

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор с концентрацией 2 $г/дм^3$, годен к употреблению через день после приготовления. Можно хранить длительное время в затемненном месте.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, ч. д. а., раствор с концентрацией 50 $г/дм^3$ (насыщенный): 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 $см^3$ горячей воды. Раствор с остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь. Отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку.

Тантала пятиокись с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %.

Стандартный раствор тантала (запасной), содержащий 0,5 $мг/см^3$ тантала: навеску пятиокиси тантала массой 0,061 г сплавляют с 2 г пиросернокислого натрия. К плаву добавляют 40 $см^3$ горячего раствора виннокислого аммония (100 $г/дм^3$) и кипятят при помешивании до растворения, добавляя постепенно 10 $см^3$ аммиака, разбавленного 1 : 9. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор тантала (рабочий), содержащий 10 $мкг/см^3$ тантала, готовят разбавлением стандартного запасного раствора тантала раствором для разбавления в 50 раз. Годен в течение 2—3 сут после приготовления.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 1—2 г (в зависимости от содержания тантала) растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Раствор разбавляют до ~100 $см^3$ водой (допускается небольшой осадок), нагревают 3—5 мин.

Затем приливают при помешивании 10 $см^3$ раствора таннина с концентрацией 100 $г/дм^3$, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят 15—20 мин, поддерживая 110 $см^3$ добавлением нагретой воды. По охлаждении приливают 10 $см^3$ раствора желатины и раствор с осадком оставляют стоять не менее чем на 2—3 ч.

Осадок отфильтровывают и несколько раз промывают раствором таннина с концентрацией 5 $г/дм^3$. Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель, сушат, сжигают, прокаливают в муфельной печи при 800 °С и сплавляют с 2 г пиросернокислого натрия до получения однородного плава.

После охлаждения плав выщелачивают 20 $см^3$ горячего раствора виннокислого аммония с концентрацией 100 $г/дм^3$ с добавлением 10 $см^3$ аммиака, разбавленного 1 : 9.

Раствор (объем 50—70 $см^3$) нагревают, помешивая, кипятят несколько минут и по охлаждении переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$. Приливают 20 $см^3$ раствора виннокислого аммония с концентрацией 100 $г/дм^3$, 50 $см^3$ раствора пиросернокислого натрия и доводят объем раствора водой до метки.

Отбирают 1 $см^3$ раствора, переносят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой и разбавляют до 10 $см^3$ раствором для разбавления, pH раствора должен быть равен 1—1,3. Если pH раствора имеет другое значение, то его доводят до нужной величины добавлением по каплям 5 $моль/дм^3$ серной кислоты или аммиака (1 : 9). К полученному раствору приливают 9 $см^3$ толуола, 1 $см^3$ ацетона, 2 $см^3$ раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 $см^3$ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают пипеткой с поршнем или грушей 7 $см^3$ экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно введено точно 3 $см^3$ ацетона, перемешивают. Оптическую плотность измеряют при $\lambda_{max} \geq 590$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать 0,04, в противном случае заменяют реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Массу тантала находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертой пробкой вводят 0,10; 0,30; 0,50; 0,70; 0,90; 1,10; 1,30; 1,50 $см^3$ раствора тантала (содержащего 10 мкг/$см^3$ тантала) и разбавляют до 10 $см^3$ раствором для разбавления с pH раствора, равным 1—1,3. Приливают 9 $см^3$ толуола, 1 $см^3$ ацетона, 2 $см^3$ фтористого натрия и 1 $см^3$ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей 7 $см^3$ экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно введено 3 $см^3$ ацетона. Содержимое пробирки перемешивают и переводят в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. Оптическую плотность измеряют при λ_{max} 590 нм.

В один из цилиндров вводят все реактивы, за исключением тантала (нулевой раствор). Оптическая плотность нулевого раствора не должна превышать 0,03, в противном случае меняют посуду или реактивы. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из оптических плотностей стандартных растворов. Измерение проводят пять раз из новых порций раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу тантала. Отдельные точки графика проверяются не реже одного раза в месяц.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 2 \cdot 10^{-2},$$

где m_1 — масса тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля тантала, %	Допускаемое расхождение, %
$2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$4 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$	$4 \cdot 10^{-2}$
$8 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$	$6 \cdot 10^{-2}$

gost.e-ecolog.ru