УДК 669.294.001.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАНТАЛ И ЕГО ОКИСЬ

Спектральный метод определения вольфрама, кальция, кобальта, меди, молибдена и натрия

Tantalum and its oxide. Spectral method for determination of tungsten, calcium, cobalt, copper, molybdenum and sodium

ГОСТ 18904.8—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения примесей вольфрама, кальция, кобальта, меди, молибдена и натрия в тантале (предварительно переведенном в окись) и в его окиси.

Метод основан на возбуждении и регистрации (фотографической или фотоэлектрической) дуговых эмиссионных спектров анализируемых образцов и образцов сравнения.

Интервалы определяемых массовых долей примесей:

вольфрам	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-1}$;
кальций	» $1 \cdot 10^{-4}$	» $3 \cdot 10^{-2}$;
кобальт	» $1 \cdot 10^{-4}$	» $1 \cdot 10^{-1}$;
медь	» $1 \cdot 10^{-4}$	» $3 \cdot 10^{-2}$;
молибден	» $1 \cdot 10^{-4}$	» $1 \cdot 10^{-1}$;
натрий	» $1 \cdot 10^{-4}$	» $1 \cdot 10^{-1}$.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 18904.0 с дополнением: за результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, каждое из которых выполняют из отдельной навески.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм или аналогичный.

Фотоэлектрическая установка ДФС-36 или ДФС-44.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Электронно-вычислительная машина «Искра-1256» или «Д-3—28» или аналогичного типа.

Генератор УГЭ-4 или выпрямитель 250—300 В, 20—30 А.

Микрофотометр типа МФ-2 или аналогичный.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Весы аналитические.

Весы технические.

Виброустановка или другое устройство для перемешивания и растирания проб.

Ступки и пестики из тантала и из органического стекла.

Печь муфельная.

Шкаф сушильный.

Плитка электрическая.

Станок для заточки угольных электродов.

Угли спектральные ОСЧ-7—3 или С-3, диаметром 6 мм.

Электроды, выточенные из спектральных углей:

типа «рюмка»: диаметр кратера — 4 мм, глубина кратера — 4 мм, высота наружной стенки — 5 мм, высота ножки — 3 мм, диаметр ножки — 2,5 мм;

диаметр — 4 мм, высота заточенной части — 10 мм.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Мерник из нержавеющей стали.

Барий углекислый по ГОСТ 4158.

Вольфрама (VI) окись.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Кальций азотнокислый 4-водный по ГОСТ 4142.

Кобальта (II, III) окись по ГОСТ 4467.

Меди (II) окись по ГОСТ 16539.

Молибдена (VI) окись.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Свинец двухлористый по ГОСТ 4210.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Сурьмы (III) окись.

Тантал порошкообразный высокой чистоты или тантала (V) окись, чистая по определяемым примесям.

Фотопластинки спектральные тип I, тип II, ЭС или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения фотометрируемых линий и фона спектра.

Проявитель контрастный.

Фиксаж кислый.

Стандартный раствор кальция с массовой концентрацией 10 мг/см^3: навеску азотнокислого кальция массой 5,8902 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу на 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление буферной смеси

Навеску хлористого свинца массой 7,4 г, сернокислого калия массой 2,5 г, углекислого бария массой 0,25 г и окиси сурьмы массой 0,1 г тщательно перетирают в ступке в течение 1,5—2 ч или на виброустановке в течение 40—50 мин.

3.2. Приготовление образцов сравнения (ОС)

Образцы сравнения готовят по ГОСТ 18904.6.

3.2.1. Головной образец сравнения (ГОС) готовят смешиванием основы с раствором кальция, предварительно прокаленными окисями вольфрама, кобальта, меди, молибдена и хлористым натрием.

В платиновую чашку помещают 11,4775 г основы, вводят 18 $см^3$ стандартного раствора кальция, подсушивают на плитке и прокаливают в муфельной печи при 750°С в течение 1 ч. После охлаждения переносят в танталовую ступку, добавляют 0,1261 г окиси вольфрама (VI), 0,1362 г окиси кобальта (II, III), 0,1252 г окиси меди (II), 0,1500 г окиси молибдена (VI) и 0,2540 хлористого натрия, тщательно перетирают танталовым пестиком в течение 1,5—2 ч или на виброустановке в течение 40—50 мин.

Полученный ГОС хранят в плотно закрытой стеклянной банке.

Остальные ОС готовят последовательным разбавлением ГОС и последующих ОС основой. Массовая доля определяемых примесей в процентах к сумме металлов тантала и примесей и вводимые в смесь навески основы и разбавляемого ОС указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля вольфрама, кальция, кобальта, меди, молибдена, натрия, %	Масса навески	
		основы	разбавляемого образца (обозначение образца)
ГОС	1,0	—	—
ОС-1	$1 \cdot 10^{-1}$	8,8521	1,0000 (ГОС)
ОС-2	$3 \cdot 10^{-2}$	31,8031	1,0000 (ГОС)
ОС-3	$1 \cdot 10^{-2}$	8,9852	1,0000 (ОС-1)
ОС-4	$3 \cdot 10^{-3}$	8,9955	1,0000 (ОС-2)
ОС-5	$1 \cdot 10^{-3}$	8,9985	1,0000 (ОС-3)
ОС-6	$3 \cdot 10^{-4}$	9,0000	1,0000 (ОС-4)
ОС-7	$1 \cdot 10^{-4}$	9,0000	1,0000 (ОС-5)

Каждый образец сравнения смешивают с буферной смесью в соотношении 5 : 1 по массе в ступке в течение 1 ч или на виброустановке в течение 30 мин. Готовые ОС хранят в плотно закрытых стеклянных банках.

Допускается приготовление ОС с использованием других количеств смешиваемых веществ при сохранении значений массовых долей, указанных в стандарте.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка проб к анализу

Пробу металла переводят в окись по ГОСТ 18904.6. Анализируемую окись смешивают с буферной смесью в соотношении 5 : 1 по массе в ступке или на виброустановке в течение 10—15 мин.

При взятии навесок лодочки, шпатели и другие приспособления протирают спиртом (0,5 $см^3$ на один образец).

При перемешивании ступки, пестики или детали виброустановки моют водой и протирают спиртом (2 $см^3$ на один образец).

4.2. Возбуждение спектров

Анализируемые образцы и ОС, смешанные с буферной смесью, с помощью мерника помещают в виде брикета массой 50 мг в кратеры угольных электродов типа «рюмка». Высота брикета составляет 3,4—3,6 мм. Недопустимо попадание частиц образца на торец электрода.

После каждого образца мерник очищают ватным тампоном, смоченным спиртом (0,5 $см^3$).

Электроды с образцами служат анодом. Верхний электрод, обточенный до диаметра 4 мм, служит катодом. Сила тока дуги — 11—13 А, время экспозиции — 20 с, межэлектродный промежуток — 2,5 мм, система освещения — трехлинзовая.

4.3. Регистрация спектров

4.3.1. При фотографической регистрации ширина щели спектрографа ДФС-13 12—15 мкм, фотографируемая область спектра 300—400 нм. На фотопластинке фотографируют по 3 спектра каждой пробы и каждого ОС. Фотографирование повторяют два раза.

Фотографируют каждую порцию, подготовленную (смешанную с буферной смесью) из одной навески исходной пробы окиси (или окисленной пробы металла), на двух фотопластинках по три раза на каждой фотопластинке.

После фотографирования спектров фотопластинки проявляют, моют, фиксируют, промывают в проточной воде и сушат.

4.3.2. При фотоэлектрической регистрации ширина входной щели фотоэлектрической установки ДФС-36 (ДФС-44) 0,15—0,20 мкм, система освещения — двухлинзовая.

Регистрируют по два спектра одной порции, подготовленной (смешанной с буферной смесью) из одной навески исходной пробы окиси (или окисленной пробы металла).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Фотопластинки фотометрируют на микрофотометре. На каждой спектрограмме измеряют почернения аналитических линий

и линий сравнения, вычисляют разность почернений (ΔS), находят среднее арифметическое значение $\overline{\Delta S}$ для трех спектрограмм, полученных от одного образца. Длины волн аналитических линий и линий сравнения указаны в табл. 2.

5.2. На выходе фотоэлектрической установки (табло цифрового вольтметра или лента цифропечатающего устройства) получают показания (R), пропорциональные логарифму относительной интенсивности аналитической линии и линии сравнения (табл. 2).

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны, нм		Элемент сравнения	Интервал определяемой массовой доли примеси, %
	аналитической линии	линии сравнения		
Вольфрам	400,87	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
	397,93	323,25	Сурьма	$1\ 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	400,87*	287,8 *	Сурьма	$1\ 10^{-4}$—$1\ 10^{-1}$
Медь	324,75	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-3}$
	327,40	323,25	Сурьма	$3 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$
	324,75*	287,8 *	Сурьма	$1\ 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
Молибден	390,29	323,25	Сурьма	$1\ 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
	319,40	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
	320,88	323,25	Сурьма	$1\ 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	319,40*	287,8 *	Сурьма	$1\ 10^{-4}$—$1\ 10^{-1}$
	390,30*	287,8	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$1\ 10^{-1}$
Кальций	399,85	399,34	Барий	$1 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
	422,67*	393,6 *	Барий	$1 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$
Кобальт	345,35	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
	340,51	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	345,35*	287,8 *	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-1}$
Натрий	330,30	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$
	330,23	323,25	Сурьма	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	330,30*	287,8 *	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	330,23*	287,8	Сурьма	$1 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-1}$

* Линии, используемые при фотоэлектрической регистрации.

5.3. Для каждой определяемой примеси строят градуировочный график: по оси абсцисс откладывают значение $\lg C$, где C — массовая доля определяемой примеси в ОС, по оси ординат откладывают усредненные значения аналитического сигнала ($\overline{\Delta S}$ или R) соответствующих ОС. По этим графикам и усредненным значениям аналитического сигнала, полученным по спектрам проб, находят значения массовых долей определяемых примесей в анализируемых пробах.

5.3.1. При фотографической регистрации спектра за результат одного из параллельных определений принимают среднее результатов, полученных на двух фотопластинках, каждый из которых является средним трех спектрограмм.

5.3.2 При фотоэлектрической регистрации спектра за результат одного из параллельных определений принимают среднее результатов измерений аналитических сигналов двух спектров.

5.4. Допускается проводить обработку аналитических сигналов с помощью ЭВМ «Искра-1256» или аналогичной по программам, утвержденным в установленном порядке.

5.5. Абсолютные значения разностей двух результатов параллельных определений (показатель сходимости) и двух результатов анализов (показатель воспроизводимости), численно равные между собой, с вероятностью $P=0,95$, должны не превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %	
		при спектрофотографическом анализе	при спектрофотоэлектрическом анализе
Натрий	$1\ 10^{-4}$	$7\ 10^{-5}$	$4\ 10^{-5}$
	$1\ 10^{-3}$	$7\ 10^{-4}$	$4\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-2}$	$5\ 10^{-3}$	$4\ 10^{-3}$
	$1\ 10^{-1}$	$5\ 10^{-2}$	$4\ 10^{-2}$
Вольфрам, кальций, кобальт, медь, молибден	$1\ 10^{-4}$	$5\ 10^{-5}$	$4\ 10^{-5}$
	$1\ 10^{-3}$	$5\ 10^{-4}$	$4\ 10^{-4}$
	$1\ 10^{-2}$	$5\ 10^{-3}$	$4\ 10^{-3}$
Кальций, медь	$3\ 10^{-2}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$1\ 10^{-2}$
Вольфрам, кобальт, молибден	$1\ 10^{-1}$	$5\ 10^{-2}$	$4\ 10^{-2}$

Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции.

5.6. Допускается применение других методик анализа, по метрологическим характеристикам не уступающим приведенным в стандарте.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

М. В. Владимирова, Н. А. Аракельян, Б. М. Добкина, Р. Ф. Макарова, А. С. Терехова

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

3. ВЗАМЕН ГОСТ 18904.7—73, ГОСТ 18904.8—73

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 4142—77	2
ГОСТ 4145—74	2
ГОСТ 4158—80	2
ГОСТ 4210—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4467—79	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 16539—79	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18904.0—89	1.1
ГОСТ 18904.6—89	3.2
ГОСТ 21241—77	2

gost.e-ecolog.ru