УДК 669.294.001.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАНТАЛ И ЕГО ОКИСЬ

Фотометрический метод определения молибдена и вольфрама

Tantalum and its oxide. Photometrical method for determination of molybdenum and tungsten

ГОСТ 18904.1—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.90 до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовых долей молибдена и вольфрама (от 0,004 до 0,04 % каждого) в тантале и его окиси.

Метод основан на последовательной экстракции амилацетатом или хлороформом окрашенных комплексных соединений молибдена или вольфрама с дитиолом из разных аликвотных частей раствора с последующим измерением оптической плотности экстрактов.

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 трех параллельных определений, каждое из которых выполняют из отдельной навески.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.
Печь муфельная.
Плитка электрическая.
Тигли никелевые.
Воронки делительные вместимостью 50—75 см^3.
Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.
Колбы конические вместимостью 100 см^3.
Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см^3.
Микробюретка вместимостью 5 см^3.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Стаканы химические стеклянные вместимостью 50—100 см³.

Весы аналитические.

Ступка и пестик фарфоровые.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Амилацетат.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³.

Вольфрам металлический.

Вольфрам (VI) окись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Молибден металлический.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299, высшей очистки.

Титан металлический.

Хлороформ (трихлорметан).

Цинк-дитиол (3,4-димеркаптотолуола цинковая соль).

Суспензия цинк-дитиола: навеску массой 0,1 г цинк-дитиола смачивают спиртом, растирают в фарфоровой ступке, добавляют 25 см³ спирта, перед применением суспензию взбалтывают.

Раствор титана трихлорида с массовой концентрацией 150 г/дм³: навеску массой 0,5 г титана металлического помещают в стакан вместимостью 25—50 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании на плитке, добавляя соляную кислоту до постоянного объема (10 см³); раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более трех суток.

Стандартный раствор вольфрама, содержащий 0,1 мг вольфрама в 1 см³ готовят одним из двух способов.

Первый способ: навеску вольфрама массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 5—10 см³ воды, 20—25 см³ перекиси водорода и нагревают до растворения навески, периодически помешивая. Затем осторожно, по каплям, добавляют 2 см³ аммиака и снова подогревают до обесцвечивания раствора. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Второй способ: навеску окиси вольфрама массой 0,1261 г, прокаленной до постоянной массы при 600—700°С, помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 20—25 см³ раствора гидроокиси натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор вольфрама, содержащий 0,01 мг вольфрама в 1 см³ (рабочий), готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,1 мг молибдена в 1 см³ готовят одним из двух способов.

Первый способ: навеску молибдена массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 5 см³ раствора перекиси водорода, добавляют избыток аммиака, раствор кипятят до обесцвечивания и удаления перекиси водорода. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Второй способ: навеску молибденовокислого аммония массой 1,840 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор молибдена, содержащий 0,01 мг молибдена в 1 см³ (рабочий), готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску тантала или его окиси массой 0,3—0,5 г (при массовой доле молибдена до 0,02 % — навеска 0,5 г) помещают в никелевый тигель, в котором предварительно расплавлен на плитке 1 г гидроокиси натрия, добавляют 3 г гидроокиси натрия, помещают тигель в холодную муфельную печь, доводят температуру до 800—850°С и сплавляют до получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают, плав обрабатывают 60 см³ воды при кипячении.

После охлаждения раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют до отстаивания осадка. В два стакана вместимостью 50—70 см³ помещают по 10—15 см³ прозрачного раствора, при необходимости добавляют воду до 15 см³, приливают по 15 см³ соляной кислоты и перемешивают.

3.1.1. Для определения молибдена в один из стаканов приливают 2 см³ суспензии цинк-дитиола и оставляют на 15 мин, изредка перемешивая. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают точно 5 см³ амилацетата или хлороформа, взбалтывают 1 мин; после расслоения водную фазу отбрасывают, экстракт переводят в сухую кювету с толщиной слоя 3—10 мм (кювету с толщиной слоя 3—5 мм используют, если масса молибдена более 14 мкг), накрывают ее крышкой и оставляют стоять до исчезновения пузырьков.

3.1.2. Для определения вольфрама в другой стакан добавляют 10 капель раствора трихлорида титана (появление фиолетовой окраски). При наличии молибдена прибавляют 1,5 см³ свежепри-

готовленного трихлорида титана, оставляют на 10 мин, перемешивая, и нагревают до кипения. Раствор слегка охлаждают, приливают 1 см³ суспензии цинк-дитиола и переводят в цилиндр вместимостью 50—70 см³ со стеклянной пробкой. Цилиндр помещают в стакан с кипящей водой на 5—7 мин. Затем раствор охлаждают, переводят в делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают из микробюретки или пипеткой с поршнем 5 см³ амилацетата или хлороформа и взбалтывают 1 мин. После расслоения водную фазу отбрасывают, экстракт переводят в сухую кювету с толщиной слоя 5—10 мм (кювету с толщиной слоя 5 см применяют, если масса вольфрама более 24 мкг), накрывают крышкой и оставляют стоять до исчезновения пузырьков (около 1 мин).

3.1.3. Оптическую плотность экстрактов измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 630 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду. Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать значения 0,01. Массу молибдена и вольфрама находят по градуировочным графикам.

3.2. Построение градуировочных графиков

3.2.1. *Подготовка растворов для определения молибдена*

В стаканы вместимостью 50 см³ вводят 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ рабочего раствора молибдена, приливают воду до 15 см³, по 15 см³ соляной кислоты и перемешивают. Далее определение проводят по пп. 3.1.1, 3.1.3.

3.2.2. *Подготовка растворов для определения вольфрама*

В стаканы вместимостью 50 см³ вводят 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ рабочего раствора вольфрама, приливают воду до 15 см³, по 15 см³ соляной кислоты. После добавления каждого реактива каждый раствор тщательно перемешивают. Далее определение проводят по пп. 3.1.2 и 3.1.3.

3.2.3. По измеренным значениям оптической плотности каждого из растворов сравнения и соответствующим значениям массы молибдена или вольфрама строят градуировочные графики одновременно с проведением анализа серии проб.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю молибдена или вольфрама в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m V \cdot 100}{m_1 V_1},$$

где m — масса молибдена (вольфрама), найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, мг;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.2. Абсолютное значение разности наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений, а также абсолютное значение разности двух результатов анализа с вероятностью $P=0,95$ не должно превышать значения допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля молибдена (вольфрама), %	Допускаемое расхождение, %
0,004	0,001
0,01	0,002
0,02	0,003
0,04	0,005

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

4.4. При возникновении разногласий при определении молибдена и вольфрама применяют фотометрический метод анализа.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

   ИСПОЛНИТЕЛИ

   В. М. 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 18904.1—73, ГОСТ 18904.2—73

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 17299—78	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 18904.0—89	1.1

gost.e-ecolog.ru