УДК 669.294:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЙ

Спектральный метод определения тантала

Niobium. Spectral method for the determination of tantalum

ГОСТ 18385.7—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на спектральный метод определения массовой доли тантала в слитках ниобия от 0,05 до 1%.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии тантала от его массовой доли в образце при возбуждении спектра в дуге переменного тока (в режиме низковольтная искра).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30 с трехлинзовой системой.

Генератор дуговой типа ДГ-2, СТУ-81—14—62 или ИВС-28 в искровом режиме (низковольтная искра). Сила тока в первичной обмотке высоковольтного трансформатора в схеме активизатора 0,1 А, сопротивление 250 Ом.

Сила тока разряда в аналитическом промежутке 1 А.

Аналитический промежуток — 1,5 мм.

Промежуток рабочего разрядника — 0,5 мм.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор типа СПП-2.

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Электропечь типа СНОЛ-1,6.2.0.0.8/9-М1.

Шкаф сушильный электрический круглый типа 23—151.00.00.000 ПС.

Шкаф сушильный.

Секундомер по ГОСТ 5072.

Термометр лабораторный.

Цилиндры мерные.

Мензурки мерные.

Колбы мерные.

Ступка и пестик яшмовые или агатовые.

Бокс из органического стекла.

Чашки платиновые № 115—9 по ГОСТ 6563.

Лампа инфракрасная типа ИК 3—500 с регулятором напряжения типа РН 0—250—0,5.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды графитовые для спектрального анализа марки ОСЧ 7—3 с диаметром 6 мм, с каналом глубиной 1 мм и диаметром 4,1 мм (нижние).

Электроды графитовые для спектрального анализа марки ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм, высотой заточенной части 5—7 мм и диаметром 4 мм (верхние).

Графитовый порошок марки ОСЧ 7—4.

Пресс масляный, гидравлический давления в 200 кг/см^2.

Прессформа (диаметром 4,0 мм, глубиной 4,0—5,0).

Батист для чистки оптики.

Фланель для обтирки приборов и генераторов.

Вата минеральная по ГОСТ 4640.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ниобия пятиокись, спектрально чистая.

Тантала пятиокись высокой чистоты, содержащая не менее 99,9% основного вещества.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий серноватистокислый (гипосульфит) по ГОСТ 244.

Пластинки фотографические 9×12, типа II или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Проявитель по ГОСТ 10691.1.

Фиксаж: навеску серноватистокислого натрия массой 300 г и навеску хлористого аммония массой 20 г растворяют соответственно в 700 и 200 см^3 воды, сливают полученные растворы вместе и доводят объем водой до 1 дм^3.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения (ОС)

3.1.1. Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего 10% тантала (в расчете на массовую долю тантала в

смеси металлических ниобия, тантала) на основе пятиокиси ниобия.

Навеску пятиокиси ниобия массой 1,2874 г и навеску пятиокиси тантала массой 0,1221 г перетирают в агатовой или яшмовой ступке под слоем спирта в течение 1—1,5 ч (расход спирта на одну операцию 15 $см^3$). Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

3.1.2. Образцы сравнения (ОС) готовят из основного образца сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия (основа), не содержащей тантала, перетиранием смеси в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и просушиванием под инфракрасной лампой до постоянной массы (расход спирта на одну операцию 70 $см^3$).

Массовая доля тантала в образце сравнения и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия (основа) и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля тантала, %	Масса навески, г	
		основы	разбавляемого образца
ОС1	1,00	9,000	1,000 (ООС)
ОС2	0,50	4,500	4,500 (ОС1)
ОС3	0,25	4,000	4,000 (ОС2)
ОС4	0,10	4,500	3,000 (ОС3)
ОС5	0,05	2,500	2,500 (ОС4)

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Стружку ниобия промывают соляной кислотой в стеклянном стакане при нагревании. Кислоту сливают, промывают стружку дистиллированной водой и спиртом. Промытую стружку помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфеле в течение 4 ч до постоянной массы, постепенно повышая температуру (850±50°) С. Из 1 г металлического ниобия (стружка) должно быть получено 1,430 г пятиокиси ниобия.

Полученную пятиокись тщательно перемешивают, отбирают от нее навеску массой 30 мг и перетирают в яшмовой или агатовой ступке с навеской массой 90 мг очищенного графитового порошка в течение 5 мин.

Подготовленную пробу переносят в прессформу, прессуют при давлении $9{,}8 \cdot 10^7$ Па. Полученную таблетку помещают в кратер нижнего угольного электрода, добиваясь хорошего контакта между угольным электродом и таблеткой, устанавливают в электрододержатель штатива; верхним электродом является угольный стержень диаметром 4 мм и высотой заточки 7 мм, между которыми зажигают низковольтный искровой разряд.

Сила тока разряда в аналитическом промежутке — 1 А.

Межэлектродное расстояние — 1,5 мм.

Вновь отпрессованные таблетки подвергают предварительному обыскриванию в течение 10 с.

Время экспозиции (60—90 с) выбирают в зависимости от характеристики прибора и сорта применяемых фотопластинок таким образом, чтобы почернения аналитических линий находились в области нормальных почернений для всего интервала определяемых концентраций.

Те же операции, за исключением перевода в пятиокись, выполняют с каждым из рабочих образцов сравнения.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из спектрограмм фотометрированием находят почернения аналитических линий определяемого элемента (тантал) ($S_{Ta+ф}$), линии элемента сравнения (ниобий) ($S_{Nb+ф}$) (табл. 2) и фона рядом с линиями ($S_ф$) и вычисляют разность почернений для аналитической линии ($S_{Ta+ф}$—$S_ф$) и линии элемента сравнения ($S_{Nb+ф}$—$S_ф$), затем переходят к соответствующим значениям логарифмов относительной интенсивности

$$\lg \frac{I_{Ta}}{I_{Nb}} = \lg I_{Ta} - \lg I_{Nb},$$

по таблицам, приведенным в приложении к ГОСТ 13637.1.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Линия сравнения, нм
Тантал	240,063	Ниобий — 240,103

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочный график в координатах

$$\lg \frac{I_{Ta}}{I_{Nb}} - \lg C,$$

где $\lg C$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в образце сравнения;

$\lg\frac{I_{Ta}}{I_{Nb}}$ — логарифм относительной интенсивности аналитической линии и линии сравнения.

Массовую долю тантала в образце ниобия находят по результатам фотометрирования спектров при помощи градуировочного графика.

Разность наибольшего и наименьшего из результатов трех параллельных определений не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Тантал	0,05	0,03
	0,10	0,05
	0,20	0,10
	0,60	0,20

5.2. Проверка правильности результатов

Один из анализируемых образцов проверяемой серии переводят в пятиокись (см. разд. 4). К навеске пятиокиси ниобия массой 0,5 г добавляют навеску массой 0,5 г второго образца сравнения (для первоначально найденной массовой доли тантала в анализируемом образце, равной 0,25% или меньшей) или навеску массой 0,5 г первого образца сравнения (для массовой доли тантала в анализируемом образце 0,25—0,8%). Смесь тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта (расход спирта на одну операцию 3 см^3), высушивают под инфракрасной лампой и анализируют по разд. 4 и 5.

Анализы правильные, если для первой смеси образца и добавки, за вычетом половины первоначально найденной массовой доли в образце, получено (0,25±0,1) %, а для второй смеси (0,5± ±0,14) % тантала.

Если результаты выходят за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализов повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. Полученные средние значения должны быть для первой смеси (0,25±0,07) %, для второй смеси — (0,5±0,1) %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

А. В. Елютин, Ю. А. Карпов, Л. Н. Филимонов, Э. С. А. С. Терехова, В. Г. Ашхотов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.12.89 № 3644

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 244—23	Разд 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 4640—84	Разд. 2
ГОСТ 6563—75	Разд. 2
ГОСТ 10691.1—84	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18385.0—79	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в наб. 03 01.90 Подп в печ. 22 03 90 1,75 усл п л 1,75 усл кр отт. 1,25 уч изд л.
Тир 4000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер. 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1476

gost.e-ecolog.ru