УДК 669.15/293.198:546.883.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения тантала

Ferroniobium. Method for determination of tantalum

ГОСТ 15933.6—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала в феррониобии при массовой доле его от 0,1 до 1,4%.

Метод основан на экстракции комплексного соединения фтортанталата с бриллиантовым зеленым смесью толуола и ацетона из сульфатноартратной среды и измерении оптической плотности экстракта на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—640 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 и разбавленная 9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1 : 4.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

Бриллиантовый зеленый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³: 2,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 250 см³ во-

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

ды, выдерживают 7 сут, затем отфильтровывают через два плотных фильтра; хранят в склянке из темного стекла.

Толуол по ГОСТ 5789.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Смесь для экстрагирования. 9 ч толуола смешивают с 1 ч ацетона; готовят перед применением.

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Тантала пятиокись или тантал металлический.

Стандартные растворы тантала.

Раствор А: 0,0610 г пятиокиси тантала помещают в платиновый тигель и сплавляют с 2 г пиросернокислого натрия при температуре 800 °С до получения прозрачного плава. Охлажденный тигель с плавом переносят в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 80 см³ горячего раствора виннокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения плава, добавив 10 см³ раствора аммиака. Тигель удаляют, обмыв его водой. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают или 0,05 г металлического тантала помещают в платиновую чашку, приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до полного растворения навески, приливают 5 см³ серной кислоты, обмывают стенки чашки водой и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения в чашку приливают 10 см³ воды, 1 г щавелевокислого аммония, переносят содержимое чашки в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация тантала в растворе А равна 0,0005 г/см³.

Раствор Б: 20,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают.

Массовая концентрация тантала в растворе Б равна 0,0001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до полного растворения навески. Затем добавляют 5 см³ серной кислоты, обмывают стенки чашки водой и выпаривают содержимое чашки до выделения паров серной кислоты. После этого чашку снимают с плиты, охлаждают и прибавляют 50 см³ раствора виннокислого аммония. Выдерживают на плите до полного осветления раствора. После охлаждения переносят содержимое чашки в мерную колбу, смывая стенки чашки раствором виннокислого аммония. Доливa-

ют до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают. Разбавление и аликвотную часть раствора выбирают в зависимости от массовой доли тантала в феррониобии (табл. 1).

Таблица 1

Массовая доля тантала, %	Вместимость мерной колбы, см³	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,10 до 0,7 включ	100	5
Св 0,7 » 1 4 »	200	5

3.2. Аликвотную часть раствора переносят в кварцевую делительную воронку или полиэтиленовый сосуд, добавляют 3 см³ раствора виннокислого аммония. Затем приливают 2,0 см³ раствора серной кислоты, 10,0 см³ смеси толуола с ацетоном, 1,0 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 1,0 см³ раствора бриллиантового зеленого и экстрагируют 1 мин.

Через 3 мин отбирают сухой пипеткой 7,0 см³ экстракта, который помещают в стеклянную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено 3,0 см³ ацетона. Содержимое пробирки перемешивают. Измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 640 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—640 нм.

Раствором сравнения служит смесь толуола с ацетоном.

Массу тантала находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности контрольного опыта из значения оптической плотности пробы.

3.3. Построение градуировочного графика

В пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0005 и 0,0007 г тантала и доливают до метки раствором виннокислого аммония. Аликвотную часть раствора 5,0 см³ переносят в делительную воронку, добавляют 3 см³ раствора виннокислого аммония и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартный раствор тантала.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам тантала строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса тантала, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы или масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли тантала приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля, тантала, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,1 до 0,2 включ	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
Св 0,2 » 0,5 »	0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,12	0,15	0,12	0,15	0,08
» 1,0 » 1,4 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфилиева, С. И. Ахманаева, В. Н. Глухова, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 06.09.90 № 791

3. Срок первой проверки — I кв. 2000 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 15933.6-70

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 2603—79	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4951—79	2
ГОСТ 5712—78	2
ГОСТ 5789—78	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 18344—78	2
ГОСТ 20515—75	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru