УДК 669.15.293.198:546.882.06+669.15/293.198:546.883.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения суммы ниобия и тантала

Ferroniobium Method for determination of niobium and tantalum sum

ГОСТ 15933.5—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения суммы ниобия и тантала при массовой доле суммы ниобия и тантала от 30 до 70 %.

Метод основан на выделении суммы ниобия и тантала путем кислого гидролиза в присутствии таннина. Выделенный осадок ниобиевой и танталовой кислот отфильтровывают, прокаливают и взвешивают в виде оксидов. В осадке определяют содержание оксида титана (IV) и оксида циркония (IV).

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. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Кислота азотная по ГОСТ 4461

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1 · 1, 1 4 и 1 9

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 1 и растворы с молярной концентрацией 6 моль/дм^3 и 1 моль/дм^3

Таннин, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3

Раствор для промывания (I) 5 г таннина растворяют в воде, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты и доливают водой до объема 1 дм^3.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота винная, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3: 5 г диантипирилметана растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Смесь растворов реактивов (S-реагент): к 660 см^3 воды приливают 80 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм^3, 10 см^3 раствора сернокислой меди, 50 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 100 см^3 раствора диантипирилметана. Растворы смешивают в указанной последовательности непосредственно перед применением S-реагента.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Раствор для промывания (II): 50 г азотнокислого аммония растворяют в воде, прибавляют 5 см^3 перекиси водорода и доливают водой до объема 1 дм^3.

Стандартные растворы оксида титана (IV)

Раствор А: 0,2000 г оксида титана, предварительно просушенного при температуре 105 °С, сплавляют с 5—6 г пиросернокислого калия в платиновом тигле или чашке при температуре (750±±25) °С. Плав растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты (1 : 9) при нагревании. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9).

Массовая концентрация оксида титана в растворе А равна 0,0002 г/см^3.

Раствор Б: 10,0 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация оксида титана в растворе Б равна 0,00002 г/см^3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 15 см^3 фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до прекращения растворения навески. Затем приливают 30 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1) и раствор выпаривают до

выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения чашки обмывают ее стенки водой и снова выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. В охлажденную чашку прибавляют 20 см^3 воды, 25 см^3 соляной кислоты, нагревают и содержимое чашки переносят в колбу вместимостью 750 см^3 с отметкой 500 см^3. В колбу приливают 100 см^3 раствора таннина и доливают водой до метки. Раствор кипятят в течение 25 мин. Первоначальный объем 500 см^3 сохраняют, добавляя воду.

Раствор с выпавшим осадком оставляют на ночь, после чего осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы. Осадок промывают 10 раз холодным раствором для промывания (I). Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, высушивают и прокаливают при температуре (950±50) °С в течение часа. Затем тигель охлаждают, взвешивают и определяют суммарную массу осадка (X) оксидов ниобия, тантала, титана и циркония.

В прокаленном осадке оксидов ниобия и тантала определяют массовую долю оксида титана и оксида циркония. Для этого осадок сплавляют с 5—6-кратным количеством пиросернокислого калия в муфельной печи при температуре (750±25) °С. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3 и плав выщелачивают в 30 см^3 раствора винной кислоты при слабом нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

3.2. Определение массовой доли оксида титана (IV) в осадке оксидов ниобия и тантала

В зависимости от массовой доли оксида титана отбирают аликвотную часть раствора, полученного по п. 3.1 в колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки S-реагентом и перемешивают. Через 35—40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 410 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 410—430 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу оксида титана находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

3.2.1. *Построение градуировочного графика*

Градуировочный график строят по стандартному раствору Б оксида титана. Линейность графика соблюдается в диапазоне от 0,00002 г до 0,00010 г оксида титана в конечном объеме, равном 100 см^3.

Выбранные объемы стандартного раствора Б помещают в мерные колбы вместимостью 100 см³, доливают до метки S-реагентом и перемешивают. Далее поступают, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора оксида титана.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам оксида титана строят градуировочный график.

3.2.2. Массовую долю оксида титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса оксида титана, найденная по градуировочному графику, г;

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

3.3. Для определения массовой доли оксида циркония в осадке оксидов ниобия и тантала отбирают аликвотную часть раствора, полученного по п. 3.1, равную 50,0 см³, помещают в стакан вместимостью 300 см³ и приливают 5 см³ серной кислоты. Раствор нагревают до 60—70 °С, приливают 3—5 см³ перекиси водорода, 20 см³ раствора фосфорнокислого аммония, тщательно перемешивают и выдерживают в теплом месте в течение 3 ч, наблюдая за сохранением избытка перекиси водорода в растворе. Осадок фосфорнокислого циркония отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы и промывают 10—12 раз холодным раствором для промывания (II).

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют при открытой дверце муфельной печи до полного сгорания фильтра и прокаливают при температуре (1000±50) °С в течение 20—25 мин. После охлаждения содержимое тигля сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия при температуре (750±25) °С. Плав растворяют в 100 см³ раствора серной кислоты 1 : 9 и осаждают повторно цирконий раствором фосфорнокислого аммония, как указано выше.

Осадок фосфорнокислого циркония отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы, промывают 10—12 раз холодным раствором для промывания (II).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют, как указано выше, и прокаливают при температуре (1000±50) °С в течение 1 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.3.1. Массовую долю оксида циркония (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 0{,}4647}{m_1} \cdot 100,$$

где m_2 — масса тигля с осадком пирофосфорнокислого циркония, г;

m_3 — масса тигля, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г;

0,4647 — коэффициент пересчета пирофосфорнокислого циркония на оксид циркония.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю (X_2) суммы ниобия и тантала в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_4 \cdot 100}{m_5} - (X + X_1) \cdot 0{,}6990,$$

где m_4 — масса осадка суммы оксидов ниобия и тантала, г;

m_5 — масса навески пробы, г;

X — массовая доля оксида титана в осадке оксидов ниобия и тантала, %;

X_1 — массовая доля оксида циркония в осадке оксидов ниобия и тантала, %;

0,6990 — коэффициент пересчета оксида ниобия на ниобий.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли суммы ниобия и тантала приведены в таблице.

Массовая доля суммы ниобия и тантала, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 30 до 50 включ.	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
Св. 50 » 70 »	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, В. П. Глухова, Г. И. Гусева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 791

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

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15933.5—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3772—74	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 12929—76	2
ГОСТ 20515—75	1.2
ГОСТ 22867—77	2
ГОСТ 28473—90	1.1

gost.e-ecolog.ru