

**ФЕРРОНИОБИЙ**

**Метод определения суммы  
ниобия и tantalа**

Ferriobium. 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 tantalа при массовой доле суммы ниобия и tantalа от 30 до 70 %.

Метод основан на выделении суммы ниобия и tantalа путем кислого гидролиза в присутствии танина. Выделенный осадок ниобиевой и tantalовой 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<sup>3</sup> и 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Танин, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Раствор для промывания (I): 5 г танина растворяют в воде, прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и доливают водой до объема 1 л.



Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота винная, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

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

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Диантимирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>: 5 г диантимирилметана растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Смесь растворов реагентов (S-реагент): к 660 см<sup>3</sup> воды приливают 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди, 50 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 100 см<sup>3</sup> раствора диантимирилметана. 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<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

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

Стандартные растворы оксида титана (IV)

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

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

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

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 15 см<sup>3</sup> фтористово-дородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до прекращения растворения навески. Затем приливают 30 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> воды, 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают и содержимое чашки переносят в колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup> с отметкой 500 см<sup>3</sup>. В колбу приливают 100 см<sup>3</sup> раствора танинна и доливают водой до метки. Раствор кипятят в течение 25 мин. Первоначальный объем 500 см<sup>3</sup> 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, tantalа, титана и циркония.

В прокаленном осадке оксидов ниобия и tantalа 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<sup>3</sup> и плав выщелачивают в 30 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты при слабом нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

В зависимости от массовой доли оксида титана отбирают аликвотную часть раствора, полученного по п. 3.1 в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 отыга из значения оптической плотности раствора по бы.

#### 3.2.1. Построение градиуровочного графика

Градиуровочный график строят по стандартному раствору Б образца титана. Линейность графика обеспечивается в диапазоне от 0,00002 г до 0,00010 г оксида титана в конечном объеме, занимаемом 100 см<sup>3</sup>.

Выбранные объемы стандартного раствора Б помещают в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки 5-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 аликовтной части раствора пробы, г.

3.3. Для определения массовой доли оксида циркония в осадке оксидов ниобия и тантала отбирают аликовтную часть раствора, полученного по п. 3.1, равную 50,0 см<sup>3</sup>, помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты. Раствор нагревают до 60—70°C, приливают 3—5 см<sup>3</sup> перекиси водорода, 20 см<sup>3</sup> 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) °C в течение 20—25 мин. После охлаждения содержимое тигля сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия при температуре (750±25) °C. Плав растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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 извещенный фарфоровый тигель, высушивают, отожживают, как указано выше, и прокаливают при температуре (1000±50) °C в течение 1 ч. Тигель с осадком охлаждают в экскаваторе и взвешивают.

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

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 0,4647}{m_4} \cdot 100,$$

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

$m_3$  — масса тигля, г;

$m_4$  — масса навески, соответствующая аликовотной 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 tantalа 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 tantalа, г;

$m_5$  — масса навески пробы, г;

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

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

0,6990 — коэффициент пересчета оксида ниобия на ниобий.

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

Массовая доля суммы ниобия и tantalа, %	Погрешность результатов анализов, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух параллельных анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного звичания
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 metallurgии 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 10929—76	2
ГОСТ 20515—75	1, 2
ГОСТ 22867—77	2
ГОСТ 28473—90	1, 1