

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Метод определения тантала

ГОСТ

Alloys and foundry alloys of rare metals. Method for
determination of tantalum

25278.14-87

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88

до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала (от 4 до 35 %) в сплавах на основе ниобия и гафния.

Метод основан на извлечении тантала из гартратно-сульфатной среды смесью толуола и ацетона (9:1) в виде фторотанталата бриллиантового зеленого и фотометрировании окраски экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0-85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 500 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Пипетки с поршнем с делениями вместимостью 10 см³.

Пробирки стеклянные вместимостью 20 см³.

Штатив для пробирок, оклеенный черной бумагой.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 50 см³. Секундомер или песочные часы на 1 и 3 мин.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор 9 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78 и раствор 2 моль/дм³.

Натрий серноокислый пиро по ГОСТ 18344—78, предварительно прокаленный при 200—250°С в течение 5—10 мин. Плав охлаждают, разбивают на куски, помещают в банку с притертой пробкой.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79, раствор 50 г/дм³ (отфильтрованный через фильтр средней плотности „белая лента”); готовят в день употребления.

Раствор для разбавления, готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см³ приливают 200 см³ раствора виннокислого аммония 50 г/дм³, добавляют 20 см³ раствора серной кислоты 9 моль/дм³ и доводят до метки водой. Раствор готовят в день употребления.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, раствор 50 г/дм³.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Смесь толуола с ацетоном с соотношением объемов 9:1, готовят в день употребления.

Бриллиантовый зеленый, раствор 15 г/дм³, готовят следующим образом: 7,5 г красителя растворяют в 500 см³ воды при нагревании не выше 60°С, оставляют стоять в затемненном месте в течение 2—3 дней, затем отфильтровывают через 2 плотных фильтра („синяя лента”); раствор хранят в темных склянках.

Тантала (V) окись, содержащая не менее 99,9 % основного вещества.

Тантал металлический, содержащий не менее 99,9 % тантала, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор тантала (запасной), содержащий 0,5 мг/см³ тантала: 0,1 г металлического тантала или 0,1221 г окиси тантала помещают в кварцевый тигель, добавляют 3—4 г пиросульфата натрия и сплавляют в муфеле при 800—900°С до получения прозрачного плава. Если сплавление происходит неполностью, плав охлаждают, добавляют 3—5 капель концентрированной серной кислоты и вновь сплавляют до получения жидкого прозрачного плава. При необходимости процедуру доплавления повторяют 2—3 раза с добавлением концентрированной серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 50 см³ горячего раствора щавелевокислого аммония, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 200 см³, охлаждают, доводят до метки раствором щавелевокислого аммония и перемешивают.

Раствор тантала (рабочий), содержащий 10 мкг/см³ тантала, готовят в день употребления следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см³ переносят пипеткой 1 см³ стандартного запасного раствора тантала, добавляют 4 см³ раствора серной кислоты концентрацией 9 моль/дм³ и доводят до метки раствором виннокислого аммония.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 3—4 г пиросульфата натрия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения прозрачного плава. Если сплавление происходит неполностью, плав охлаждают, добавляют 3—5 капель концентрированной серной кислоты и вновь сплавляют до получения жидкого прозрачного плава. При необходимости процедуру доплавления повторяют 2—3 раза с добавлением концентрированной серной кислоты; затем серную кислоту полностью удаляют нагреванием до прекращения выделения паров серной кислоты.

Плав растворяют при кипячении в 30 см³ раствора виннокислого аммония, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, охлаждают, доводят до метки раствором виннокислого аммония, перемешивают. Отбирают пипеткой 1 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 25 см³, добавляют 2 см³ раствора серной кислоты 9 моль/дм³, доводят до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают.

3.2. Для определения тантала в кварцевый цилиндр отбирают 2 см³ полученного раствора, разбавляют до 10 см³ раствором для разбавления, добавляют 10 см³ смеси толуола с ацетоном, 2 см³ раствора фтористоводородной кислоты 2 моль/дм³, 1 см³ раствора бриллиантового зеленого. Энергично встряхивают цилиндр в течение 1 мин. Через 3 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем 7 см³ экстракта, который переносят в пробирку, содержащую 3 см³ ацетона. Измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} = 640$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

3.3. Контрольный опыт проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб. Оптическая плотность раствора контрольного опыта по отношению к воде не должна превышать 0,02—0,03, в противном случае меняют реактивы.

Массу тантала находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертыми пробками приливают 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 и 4,0 см³ рабочего раствора тантала, что соответствует 1, 2, 4, 8, 10, 15, 20, 25, 30, 35 и 40 мкг тантала, разбавляют до 10 см³ раствором для разбавления, добавляют 10 см³ смеси толуола с ацетоном, 2 см³ раствора фтористоводородной кислоты 2 моль/дм³; 1 см³ раствора бриллиантового зеленого. Энергично встряхивают цилиндры в течение 1 мин. Через 3 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем 7 см³ экстракта, который переносят в пробирку, содержащую 3 см³ ацетона. Измеряют оптические плотности экстрактов на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 при $\lambda_{\max} = 640$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах оптическая плотность — масса тантала. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot V_3} \cdot 10^{-4},$$

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

V — вместимость мерной колбы при первом разбавлении, см³;

V_1 — вместимость мерной колбы при втором разбавлении, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Допускаемые расхождения, %	Массовая доля тантала, %	Допускаемые расхождения, %
4,0	0,3	20,0	1,4
6,0	0,4	22,0	1,5
8,0	0,5	24,0	1,6
10,0	0,7	26,0	1,7
12,0	0,8	28,0	1,8
14,0	0,9	30,0	1,9
16,0	1,0	35,0	2,2
18,0	1,2		

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР****ИСПОЛНИТЕЛИ**

Е.С. Данилин, Т.М. Малютина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 октября 1987 г. № 4091

3. Срок проверки – 1993 г.
Периодичность проверки – 5 лет.

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 2603-79	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4951-79	2
ГОСТ 5712-78	2
ГОСТ 5789-78	2
ГОСТ 10484-78	2
ГОСТ 18344-78	2
ГОСТ 26473.0-85	1.1