

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

Метод определения тантала

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of tantalum

ГОСТ
23862.30—79

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения тантала (от $2 \cdot 10^{-2}$ % до $3 \cdot 10^{-1}$ %) в редкоземельных металлах и их оксидах (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на экстракции фторотанталата кристаллического фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатноартратной среды и последующем измерении оптической плотности экстракта. Содержание тантала находят по градуировочному графику.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0 — 79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56, спектрофотометр или аналогичный прибор.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 800 °С.

Плитка электрическая.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 80 см³.

Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью 15 см³.

Пипетки из полиэтилена.

Колбы мерные вместимостью 100, 200 см³.

Воронки конические.

Стаканы вместимостью 100, 250 см³.

Тигли кварцевые вместимостью 40—80 см³.

Пипетки стеклянные вместимостью 1, 5 и 10 см³.

Стекла часовые.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1:1 и раствор с массовой долей 1 %.

Танин (светлый) растворы с концентрацией 100 и 5 г/дм³ в растворе соляной кислоты с массовой долей 1 %.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—89.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 5 моль/дм³ раствор.

Натрий пироксерноокислый по НТД, ч. д. а., раствор с концентрацией 40 г/дм³.

Аммоний виннокислый по НТД, растворы с концентрацией 100 и 40 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х.ч., концентрированный и разбавленный 1 : 9.

Раствор для разбавления: 10 г пироксерноокислого натрия, прокаленного до удаления паров

серной кислоты, растворяют в 200 см³ горячего раствора виннокислого аммония (100 г/дм³), приливают 5 см³ концентрированного аммиака, 100 см³ воды, 45 см³ 5 моль/дм³ серной кислоты и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 500 см³ водой до метки (рН раствора равен 1—1,3).

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор с концентрацией 2 г/дм³, годен к употреблению через день после приготовления. Можно хранить длительное время в затемненном месте.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, ч. д. а., раствор с концентрацией 50 г/дм³ (насыщенный): 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 см³ горячей воды. Раствор с остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь. Отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку.

Тантала пятиокись с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %.

Стандартный раствор тантала (запасной), содержащий 0,5 мг/см³ тантала: навеску пятиокиси тантала массой 0,061 г сплавляют с 2 г пироксерноокислого натрия. К плаву добавляют 40 см³ горячего раствора виннокислого аммония (100 г/дм³) и кипятят при помешивании до растворения, добавляя постепенно 10 см³ аммиака, разбавленного 1 : 9. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор тантала (рабочий), содержащий 10 мкг/см³ тантала, готовят разбавлением стандартного запасного раствора тантала раствором для разбавления в 50 раз. Годен в течение 2—3 сут после приготовления.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 1—2 г (в зависимости от содержания тантала) растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Раствор разбавляют до ~100 см³ водой (допускается небольшой осадок), нагревают 3—5 мин.

Затем приливают при помешивании 10 см³ раствора таннина с концентрацией 100 г/дм³, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят 15—20 мин, поддерживая 110 см³ добавлением нагретой воды. По охлаждении приливают 10 см³ раствора желатины и раствор с осадком оставляют стоять не менее чем на 2—3 ч.

Осадок отфильтровывают и несколько раз промывают раствором таннина с концентрацией 5 г/дм³. Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель, сушат, сжигают, прокалывают в муфельной печи при 800 °С и сплавляют с 2 г пироксерноокислого натрия до получения однородного плава.

После охлаждения плавы выщелачивают 20 см³ горячего раствора виннокислого аммония с концентрацией 100 г/дм³ с добавлением 10 см³ аммиака, разбавленного 1 : 9.

Раствор (объем 50—70 см³) нагревают, помешивая, кипятят несколько минут и по охлаждении переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Приливают 20 см³ раствора виннокислого аммония с концентрацией 100 г/дм³, 50 см³ раствора пироксерноокислого натрия и доводят объем раствора водой до метки.

Отбирают 1 см³ раствора, переносят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой и разбавляют до 10 см³ раствором для разбавления, рН раствора должен быть равен 1—1,3. Если рН раствора имеет другое значение, то его доводят до нужной величины добавлением по каплям 5 моль/дм³ серной кислоты или аммиака (1 : 9). К полученному раствору приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 см³ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают пипеткой с поршнем или грушей 7 см³ экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно введено точно 3 см³ ацетона, перемешивают. Оптическую плотность измеряют при $\lambda_{\max} \approx 590$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать 0,04, в противном случае заменяют реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Массу тантала находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертой пробкой вводят 0,10; 0,30; 0,50; 0,70; 0,90; 1,10; 1,30; 1,50 см³ раствора тантала (содержащего 10 мкг/см³ тантала) и разбавляют до 10 см³ раствором для разбавления с рН раствора, равным 1—1,3. Приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ фтористого натрия и 1 см³ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей 7 см³ экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно введено 3 см³ ацетона. Содержимое пробирки перемешивают и переводят в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. Оптическую плотность измеряют при $\lambda_{\max} \approx 590$ нм.

В один из цилиндров вводят все реактивы, за исключением тантала (нулевой раствор). Оптическая плотность нулевого раствора не должна превышать 0,03, в противном случае меняют посуду или реактивы. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из оптических плотностей стандартных растворов. Измерение проводят пять раз из новых порций раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу тантала. Отдельные точки графика проверяются не реже одного раза в месяц.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 2 \cdot 10^{-2},$$

где m_1 — масса тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля тантала, %	Допускаемое расхождение, %
$2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$4 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$	$4 \cdot 10^{-2}$
$8 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$	$6 \cdot 10^{-2}$