УДК 669.293:546.883.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЙ

Метод определения тантала

Niobium. Method for the determination of tantalum

ГОСТ 18385.4—79

Взамен ГОСТ 18385.7—73

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 мая 1979 г. № 1968 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала (от 0,06 до 0,45%).

Метод основан на экстракции фторотанталата кристаллического фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатно-тартратной среды и фотометрировании экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или аналогичный ему прибор.

Весы аналитические.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками, вместимостью по 80 мл. Пробирки стеклянные с притертыми пробками, вместимостью по 15 мл.

Пипетки из полиэтилена, вместимостью по 2—3 мл.

Колбы мерные, вместимостью по 100 и 500 мл.

Цилиндры мерные, вместимостью по 50 и 100 мл.

Тигли фарфоровые.

Пипетки с делениями, вместимостью по 5 и 10 мл.

Полиэтиленовые банки, вместимостью по 500 мл.

Тантала пятиокись, содержащая не менее 99,5%.

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344—73, ч. д. а.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—71, ч. д. а., 10%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., плотностью 1,84 г/см³ и 10 н. раствор.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°С.

Раствор для разбавления: 10 г пиросернокислого натрия помещают в тигель и сплавляют в муфельной печи до удаления паров серной кислоты, плав растворяют в 200 мл горячего раствора виннокислого аммония, приливают 100 мл воды, 45 мл 10 н. раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доливают водой до метки (pH раствора должен быть 1—1,3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, ч. д. а., разбавленный 1 : 9.

Толуол по ГОСТ 5789—78, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—71, ч. д. а.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор, годен к применению через сутки после приготовления, хранят в склянке из темного стекла.

Натрий фтористый, ос. ч., 5%-ный насыщенный раствор; 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 мл горячей воды, раствор с нерастворившимся остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь, отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку.

2.1. Подготовка к анализу

2.1.1. *Приготовление стандартного раствора и раствора А*

Стандартный раствор: 0,0610 г пятиокиси тантала помещают в тигель и сплавляют при температуре 800°С с 2 г пиросернокислого натрия, к плаву добавляют 40 мл горячего раствора виннокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения, добавляя 10 мл водного раствора аммиака. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают до метки водой; 1 мл стандартного раствора содержит 0,5 мг тантала.

Раствор А: 2 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствором для разбавления до метки; 1 мл раствора А содержит 10 мкг тантала. Раствор А годен в течение 2—3 сут после приготовления.

2.1.2. *Построение градуировочного графика*

В кварцевые цилиндры с притертыми пробками вводят 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0; 1,2; 1,4 и 1,8 мл раствора А. Объем раствора в каждом цилиндре доводят раствором для разбавления до 10 мл; pH полученного раствора должен быть 1—1,3 (pH устанавливают в отдельной аликвоте по универсальной индикаторной бумаге; если pH не достигнут, приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). Затем к полученным растворам приливают по 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл рас-

твора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей точно 7 мл экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено точно 3 мл ацетона. Содержимое пробирки перемешивают. Так поступают с содержимым каждого кварцевого цилиндра. Полученные растворы представляют собой рабочие растворы сравнения. До измерения оптической плотности растворы могут стоять несколько часов.

Растворы сравнения последовательно переводят в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм и измеряют оптическую плотность каждого раствора, как указано в ГОСТ 18385.0—79. Оптическую плотность измеряют при длине волны 590 нм, светофильтр № 5. В качестве нулевого раствора применяют воду.

Одновременно через все стадии построения градуировочного графика проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из оптической плотности растворов сравнения. Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать значения 0,03.

2.2. Проведение анализа

0,25 г ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при температуре 800°С с 5 г пиросернокислого натрия и 1—2 мл серной кислоты до получения прозрачного плава и прекращения выделения паров серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 50 мл раствора виннокислого аммония, добавляют 50 мл воды и 23 мл 10 н. раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят водой до метки (pH раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге). Пипеткой отбирают 4 или 5 мл полученного раствора (при массовой доле тантала 0,06—0,2% отбирают 5 мл, при массовой доле свыше 0,2% отбирают 4 мл) и переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, затем разбавляют до 10 мл раствором для разбавления; pH полученного раствора должен быть 1—1,3 (pH устанавливается в отдельной аликвотной части, если он не достигнут — приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). Приливают к полученному раствору 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового и далее проводят экстракцию и измерение оптической плотности, как описано при построении градуировочного графика в п. 2.2.2.

Одновременно через все стадии анализа проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать

0,04. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Массу тантала в растворе пробы находят по градуировочному графику.

2.3. Обработка результатов

Массовую долю тантала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

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

V — объем аликвотной части, мл;

m_1 — масса навески, г.

Разность результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должна превышать величин абсолютных допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Массовая доля тантала, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
0,06	0,02	0,3	0,06
0,1	0,02	0,4	0,08
0,15	0,03	0,45	0,09
0,2	0,04		

2.4. Проверка правильности результатов

Правильность результатов анализа контролируют методом добавок. К трем одинаковым аликвотным частям одного из анализируемых растворов в каждой из которых масса тантала, установленная по пп. 2.2; 2.3, составляет 6 мкг, добавляют по 0,6 мл раствора А. Полученные растворы анализируют по пп. 2.2; 2.3. За результат анализа аликвотных частей с добавками тантала принимают среднее арифметическое значение результатов трех определений (в этих трех аликвотных частях). Анализы правильны, когда полученный результат отличается от содержания тантала в аликвотных частях без добавки тантала не более чем на 7 и не менее чем на 5 мкг тантала. Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число одинаковых аликвотных частей одного из анализируемых растворов до шести. Полученный результат должен отличаться от исходного содержания тантала в аликвотных частях раствора не более чем на 6,9 и не менее чем на 5,1 мкг тантала.

СОДЕРЖАНИЯ

ГОСТ 18385.0—79	Ниобий. Общие требования к методам анализа	3
ГОСТ 18385.1—79	Ниобий. Методы определения вольфрама	5
ГОСТ 18385.2—79	Ниобий. Спектральный метод определения кремния, титана и железа	13
ГОСТ 18385.3—79	Ниобий. Методы определения молибдена	21
ГОСТ 18385.4—79	Ниобий. Метод определения тантала	28

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *Т. А. Камнева*

Сдано в наб. 18.06.79. Подп. в печ. 11.08.79. 2,0 п. л. 1,91 уч.-изд. л. Тир. 12000. Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, 123557, Новопресненский пер., 3.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 870.

Изменение № 1 ГОСТ 18385.4—79 Ниобий. Метод определения тантала

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11.10.84 № 3561 срок введения установлен

с 01.03.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на см^3.

Пункт 1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 18344—73 на ГОСТ 18344—78, ГОСТ 4951—71 на ГОСТ 4951—79, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 2603—71 на ГОСТ 2603—79.

Раздел 2. Пятнадцатый абзац, пункт 2.2 (первый абзац). Заменить значение: 10 н. на 5 моль/дм^3.

Пункт 2.3 дополнить абзацем: «Абсолютные допускаемые расхождения промежуточных массовых долей тантала рассчитывают методом линейной интерполяции».

(ИУС № 1 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 18385.4—79 Ниобий. Метод определения тантала

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 08.12.89 № 3616

Дата введения 01.07.90

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или аналогичного типа.
Весы аналитические.
Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 80 см³.
Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью 15 см³.
Пипетки из полиэтилена вместимостью 2—3 см³.
Колбы мерные вместимостью 100, 500, 1000 см³.
Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 см³.
Тигли кварцевые вместимостью 50 см³.
Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.
Полиэтиленовые банки вместимостью 500 см³.
Бумага индикаторная «Phan», pH 0,4—1,4 или «Рифан», pH 0,3—2,2.
Печь муфельная.
Тантала пятиокись, содержащая основного вещества не менее 99,9 %.
Натрий сернокислый пиро по ТУ 6—09—5404—88.

Аммоний виннокислый по ТУ 6—09—08—2007—89, водный раствор с массовой долей 1 %. Раствор: навеску аммония виннокислого массой 100 г растворяют в 700 см³ горячей воды, охлаждают и доливают водой до 1 дм³.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, водный раствор с массовой долей 10 %. Раствор: навеску 100 г аммония щавелевокислого растворяют в 700 см³ горячей воды, охлаждают и доливают водой до 1 дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор с концентрацией 5 моль/дм³. Раствор: к воде объемом 722 см³ осторожно приливают небольшими порциями при постоянном перемешивании 278 см³ концентрированной серной кислоты. Если смесь сильно разогревается, то ее охлаждают, после чего приливают следующую порцию кислоты.

Раствор для разбавления: навеску пиросернокислого натрия массой 20 г помещают в тигель и сплавляют в муфельной печи до удаления паров серной кислоты, плав растворяют в 200 см³ горячего раствора виннокислого аммония с массовой долей 10 %, приливают 100 см³ воды, 45 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки значения pH раствора 1—1,3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Кристаллический фиолетовый, водный раствор с массовой долей 0,2 %, годен к применению через сутки после приготовления, хранят в склянке из темного стекла; раствор: навеску красителя массой 0,2 г растворяют в воде, добавляя ее небольшими порциями, переносят раствор с осадком в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем водой до метки и перемешивают. Раствор оставляют в темном месте на сутки, затем отфильтровывают через фильтр «синяя лента».

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, водный раствор с массовой долей 5 %; навеску фтористого натрия массой 25 г тщательно перемешивают с 500 см³ горячей воды, раствор с нерастворившимся остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь; отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку.

Вода дистиллированная».

Стандарт дополнить разделами — 3—6:

«3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление стандартных растворов тантала

Раствор тантала (запасной), содержащий 0,5 мг/см³; навеску пятиокиси тантала массой 0,061 г помещают в кварцевый тигель с крышкой и сплавляют с 4 г пиросернокислого натрия в муфельной печи при температуре 850—900 °С до получения прозрачного плава, прибавляя в процессе плавления 1—2 раза по 1 см³ серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 40 см³ горячего раствора щавелевокислого аммония с массовой долей 10 %. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор пригоден для использования в течение одного месяца.

Раствор тантала (рабочий), содержащий 10 мкг/см³ тантала: 2 см³ запасного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки раствором для разбавления. Раствор пригоден в течение 2—3 сут.

3.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертыми пробками вводят 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0; 1,2; 1,4 и 1,8 см³ рабочего раствора. Объем раствора в каждом цилиндре доводят раствором для разбавления до 10 см³, значение pH полученного раствора должно быть 1—1,3, значение pH раствора устанавливают, добавляя по каплям раствор серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³ или раствор аммиака, разбавленный 1:1 (значения pH раствора проверяют по индикаторной бумаге). Затем приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ раствора фтористого натрия и 1 см³ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой, встряхивают в течение 1 мин, после чего оставляют на 1 мин. Отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей 7 см³ экстракта и переносят в сухую стеклянную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено пипеткой 3 см³ ацетона, и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~590 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде.

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности анализируемого раствора. Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать значения 0,03, в противном случае меняют посуду и реактивы.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам тантала строят градуировочный график.

4. Проведение анализа

Навеску ниобия массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при температуре 800—850 °С с 4 г пиросернокислого натрия и 1—2 см³ серной кислоты до получения прозрачного плава и прекращения выделения паров серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 40 см³ горячего раствора виннокислого аммония с массовой долей 10 %, добавляют 20 см³ воды и 9 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Аликвотную часть раствора, равную 4 или 5 см³ (при массовой доле тантала 0,06—0,2 % отбирают 5 см³, при массовой доле свыше 0,2 % отбирают 4 см³), переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой и доводят до 10 см³ раствором для разбавления. Значение pH полученного раствора должно быть 1—1,3.

(Значение pH раствора устанавливают, добавляя по каплям раствор серной кислоты с молярной концентрацией 5 моль/дм³ или раствор аммиака, разбавленный 1:1; значение pH раствора проверяют по индикаторной бумаге). Затем приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 см³ раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и далее проводят экстракцию и измерение оптической плотности, как указано в п. 3.2.

Одновременно через все стадии анализа проводят два параллельных контрольных опыта на чистоту реактивов. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать значения 0,04. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

5. Обработка результатов

Массовую долю тантала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

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

m_1 — масса навески, г;

V — объем аликвотной части, см³.

Разность двух результатов параллельных определений и двух результатов анализов не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля тантала, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
0,06	0,02
0,10	0,02
0,15	0,03
0,20	0,04
0,30	0,06
0,40	0,08
0,45	0,09

6. Проверка правильности результатов

Точность результатов анализа контролируют методом добавок.

Добавка должна в 2—3 раза превышать массовую долю определяемой примеси в пробе C_1, а при $C_1 \leqslant C_м$, если $C_м$ — нижний предел определяемой массовой доли, добавка должна в 2—3 раза превышать значение $C_м$. Далее—по ГОСТ 18385.0—79, п. 1.19».

(ИУС № 3 1990 г.)