

# ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения тантала

Ferroniobium. Method for determination  
of tantalum

ГОСТ

15933.6—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала в феррониобии при массовой доле его от 0,1 до 1,4%.

Метод основан на экстракции комплексного соединения фтор-танталата с бриллиантовым зеленым смесью толуола и ацетона из сульфатноартратной среды и измерении оптической плотности экстракта на спектрофотометре при длине волны 640 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания 590—640 нм.

## 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. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 и разбавленная 1 : 9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1 : 4.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

Бриллиантовый зеленый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>: 2,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 250 см<sup>3</sup> во-

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



ды, выдерживают 7 сут, затем отфильтровывают через два плотных фильтра; хранят в склянке из темного стекла.

Толуол по ГОСТ 5789.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Смесь для экстрагирования: 9 ч толуола смешивают с 1 ч ацетона; готовят перед применением.

Натрий серноокислый пиро по ГОСТ 18344.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Тантала пятиокись или тантал металлический.

Стандартные растворы тантала.

Раствор А: 0,0610 г пятиокиси тантала помещают в платиновый тигель и сплавляют с 2 г пиросерноокислого натрия при температуре  $800^{\circ}\text{C}$  до получения прозрачного плава. Охлажденный тигель с плавом переносят в стакан вместимостью  $100\text{ см}^3$ , добавляют  $80\text{ см}^3$  горячего раствора виннокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения плава, добавив  $10\text{ см}^3$  раствора аммиака. Тигель удаляют, обмыв его водой. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают или  $0,05\text{ г}$  металлического тантала помещают в платиновую чашку, приливают  $5\text{ см}^3$  фтористоводородной кислоты осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до полного растворения навески, приливают  $5\text{ см}^3$  серной кислоты, обмывают стенки чашки водой и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения в чашку приливают  $10\text{ см}^3$  воды,  $1\text{ г}$  щавелевокислого аммония, переносят содержимое чашки в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация тантала в растворе А равна  $0,0005\text{ г/см}^3$ .

Раствор Б:  $20,0\text{ см}^3$  раствора А помещают в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ , доливают до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают.

Массовая концентрация тантала в растворе Б равна  $0,0001\text{ г/см}^3$ .

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой  $0,1\text{ г}$  помещают в платиновую чашку, приливают  $5\text{ см}^3$  фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до полного растворения навески. Затем добавляют  $2\text{ см}^3$  серной кислоты, обмывают стенки чашки водой и выпаривают содержимое чашки до выделения паров серной кислоты. После этого чашку снимают с плиты, охлаждают и прибавляют  $30\text{ см}^3$  раствора виннокислого аммония. Выдерживают на плите до полного просветления раствора. После охлаждения переносят содержимое чашки в мерную колбу, смывая стенки чашки раствором виннокислого аммония. Долива-

ют до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают. Разбавление и аликвотную часть раствора выбирают в зависимости от массовой доли тантала в феррониобии (табл. 1).

Таблица 1

Массовая доля тантала, %	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>
От 0,10 до 0,7 включ.	100	5
Св. 0,7 » 1,4 »	200	5

3.2. Аликвотную часть раствора переносят в кварцевую делительную воронку или полиэтиленовый сосуд, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония. Затем приливают 2,0 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 10,0 см<sup>3</sup> смеси толуола с ацетоном, 1,0 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, 1,0 см<sup>3</sup> раствора бриллиантового зеленого и экстрагируют 1 мин.

Через 3 мин отбирают сухой пипеткой 7,0 см<sup>3</sup> экстракта, который помещают в стеклянную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено 3,0 см<sup>3</sup> ацетона. Содержимое пробирки перемешивают. Измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 640 нм или на фотоэлектродиметре в области светопропускания 590—640 нм.

Раствором сравнения служит смесь толуола с ацетоном.

Массу тантала находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности контрольного опыта из значения оптической плотности пробы.

### 3.3. Построение градуировочного графика

В пять из шести мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0005 и 0,0007 г тантала и доливают до метки раствором виннокислого аммония. Аликвотную часть раствора 5,0 см<sup>3</sup> переносят в делительную воронку, добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий стандартный раствор тантала.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам тантала строят градуировочный график.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $m$  — масса тантала, найденная по градуировочному графику, г;

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

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли тантала приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля, тантала, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,1 до 0,2 включ.	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
Св. 0,2 » 0,5 »	0,06	0,08	0,07	0,08	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,12	0,15	0,12	0,15	0,08
» 1,0 » 1,4 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

### РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаева, 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 15933.6—70

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 2603—79	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4951—79	2
ГОСТ 5712—78	2
ГОСТ 5789—78	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 18344—78	2
ГОСТ 20515—75	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1