

ФЕРРОНИОБИЙМетод определения суммы
ниобия и танталаFerri-niobium. Method for determination
of niobium and tantalum sum**ГОСТ**
15933.5—90

ОКСТУ 08 09

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯРСрок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения суммы ниобия и тантала при массовой доле суммы ниобия и тантала от 30 до 70 %.

Метод основан на выделении суммы ниобия и тантала путем кислого гидролиза в присутствии таннина. Выделенный осадок ниобиевой и танталовой 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/дм³ и 1 моль/дм³.
Таннин, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.
Раствор для промывания (I): 5 г таннина растворяют в воде, прибавляют 10 см³ соляной кислоты и доливают водой до объема 1 дм³.



Калий пироксерникоксид по ГОСТ 7172.

Кислота винная, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Медь (II) серникоксидная 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³: 5 г диантипирилметана растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³.

Смесь растворов реактивов (S-реагент): к 660 см³ воды приливают 80 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³, 10 см³ раствора серникоксидной меди, 50 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 100 см³ раствора диантипирилметана. Растворы смешивают в указанной последовательности непосредственно перед применением S-реактента.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Аммоний фосфорникоксидный двузамещенный по ГОСТ 3772, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Аммоний азотникоксидный по ГОСТ 22867.

Раствор для промывания (II): 50 г азотникоксидного аммония растворяют в воде, прибавляют 5 см³ перекиси водорода и доливают водой до объема 1 дм³.

Стандартные растворы оксида титана (IV)

Раствор А: 0,2000 г оксида титана, предварительно просушенного при температуре 105 °С, сплавляют с 5—6 г пироксерникоксидного калия в платиновом тигле или чашке при температуре (750 ± 25) °С. Плав растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты (1 : 9) при нагревании. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9).

Массовая концентрация оксида титана в растворе А равна 0,0002 г/см³.

Раствор Б: 10,0 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация оксида титана в растворе Б равна 0,00002 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 15 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до прекращения растворения навески. Затем приливают 30 см³ 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 см³ воды, 25 см³ соляной кислоты, нагревают и содержимое чашки переносят в колбу вместимостью 750 см³ с отметкой 500 см³. В колбу приливают 100 см³ раствора танина и доливают водой до метки. Раствор кипятят в течение 25 мин. Первоначальный объем 500 см³ 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 $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$ в течение часа. Затем тигель охлаждают, взвешивают и определяют суммарную массу осадка (X) оксидов ниобия, тантала, титана и циркония.

В прокаленном осадке оксидов ниобия и тантала определяют массовую долю оксида титана и оксида циркония. Для этого осадок сплавляют с 5—6-кратным количеством пиросерникового калия в муфельной печи при температуре $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и плав выщелачивают в 30 см³ раствора винной кислоты при слабом нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

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

В зависимости от массовой доли оксида титана отбирают аликвотную часть раствора, полученного по п. 3.1 в колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки S-регентом 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 отыта из значения оптической плотности раствора п; бх.

3.2.1. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят по стандартному раствору B оксида титана. Линейность графика наблюдается в диапазоне от 0,00002 г до 0,00010 г оксида титана в кольцевом объеме, объемом 100 см³.