

НИФТР И СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й І С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА

ГОСТ 17051—82

Издание официальное

Б3 11-96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

Методы определения тантала

**ГОСТ
17051—82**Alloyed and high-alloyed steels.
Methods for determination of tantalum

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.83

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения тантала (при массовых долях тантала от 0,002 до 1,00 %) и фотометрический метод (при массовых долях тантала от 0,10 до 1,00 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

**2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на экстракции окрашенного в зеленый цвет соединения фторидного комплекса тантала (V) с малахитовым зеленым при помощи смеси из гексана и 1,2-дихлорэтана и последующем измерении оптической плотности экстракта при длине волны 635 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с Изменениями

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или любые другие весы с аналогичными метрологическими характеристиками.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, раствор 40 г/дм³.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор 100 г/дм³, свежеприготовленный. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Малахитовый зеленый (тетраметил-ди-*n*-диаминофуксонарийхлорид), раствор 0,0015 г/см³, свежеприготовленный.

n-Гексан.

Дихлорэтан технический по ГОСТ 1942, высший сорт.

Экстракционная смесь: 2 объемные части *n*-гексана смешивают с 1,5 объемными частями дихлорэтана технического.

Образец стали, химический состав которого аналогичен химическому составу анализируемой пробы, с массовой долей менее 0,0002 % тантала.

Раствор фона: навеску стали массой 3,125 г помещают в платиновую чашку, допускается проводить растворение в чашке из стеклоуглерода или во фторопластовом стакане, и растворяют при нагревании в 25 см³ раствора фтористоводородной кислоты, добавляя 10 см³ раствора пероксида водорода порциями примерно по 0,5 см³. Раствор выпаривают до начала выделения солей, после охлаждения осторожно добавляют 25 см³ серной кислоты и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты. После охлаждения соли смывают в стакан 25 см³ раствора щавелевокислого аммония, добавляя его небольшими порциями (при использовании фторопластового стакана операция опускается). Раствор нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки раствором щавелевокислого аммония и перемешивают.

Допускается применение раствора фона, приготовленного из металлического железа и стандартных растворов или навески элементов, массовая доля которых в анализируемой пробе выше 0,5 %.

Тантал металлический или пятиоксид тантала.

Стандартные растворы тантала.

Раствор А: 0,1000 г металлического тантала или 0,1221 г пятиоксида тантала растворяют в платиновой чашке в 20 см³ раствора

С. 3 ГОСТ 17051—82

фтористоводородной кислоты при нагревании, добавляя около 10 см³ раствора пероксида водорода порциями по 0,5 см³. К раствору добавляют 10 см³ раствора серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют в 40 см³ раствора щавелевокислого аммония и нагревают. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 40 см³ раствора серной кислоты, доливают раствором щавелевокислого аммония до метки и перемешивают; годен к употреблению не более одной недели.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг тантала.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором щавелевокислого аммония и перемешивают; готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг тантала.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Массу навески стали в зависимости от содержания тантала в стали определяют по табл. 1. Навеску стали помещают в платиновую чашку, допускается проводить растворение в чашке из стеклоуглерода или во фторопластовом стакане, и растворяют в 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты при нагревании, добавляя 5—7 см³ раствора пероксида водорода порциями по 0,5 см³.

Таблица 1

Массовая доля тантала, %	Масса навески, г	Вместимость колбы, см ³	Объем раствора серной кислоты, см ³	Масса навески, соответствующая аликовтной части раствора, г
От 0,002 до 0,01	0,500	50	—	0,050
Св. 0,01 » 0,05	0,200	100	10	0,010
» 0,05 » 0,10	0,100	100	10	0,005
» 0,10 » 0,50	0,050	250	40	0,001
» 0,50 » 1,00	0,050	500	90	0,0005

К раствору добавляют 10 см³ раствора серной кислоты и нагревают до появления паров серной кислоты. После охлаждения добавляют около 25—30 см³ раствора щавелевокислого аммония и растворяют