

## ТАНТАЛ И ЕГО ОКИСЬ

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР

Спектральный метод определения алюминия, ванадия, железа, кальция, кремния, магния, марганца, меди, никеля, ниобия, олова, титана, хрома и циркония

ГОСТ

18904.6—89

Tantalum and its oxide. Spectral method for determination of aluminium, vanadium, iron, calcium, silicon, magnesium, manganese, copper, nickel, niobium, tin, titanium, chromium and zirconium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения примесей алюминия, ванадия, железа, кальция, кремния, магния, марганца, меди, никеля, ниобия, олова, титана, хрома и циркония в тантале (предварительно переведенном в окись) и в его окиси.

Метод основан на возбуждении и регистрации (фотографической или фотоэлектрической) дуговых эмиссионных спектров анализируемых образцов и образцов сравнения.

Интервалы определяемых массовых долей примесей:

алюминия	от $1 \cdot 10^{-4}$	до $3 \cdot 10^{-2}$
ванадия	$\gg 3 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
железа	$\gg 2 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
кальция	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
кремния	$\gg 2 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
магния	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
марганца	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
меди	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
никеля	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
ниобия	$\gg 3 \cdot 10^{-3}$	$\gg 3 \cdot 00$
олова	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 1 \cdot 10^{-2}$
титана	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 3 \cdot 10^{-2}$
хрома	$\gg 1 \cdot 10^{-4}$	$\gg 1 \cdot 10^{-2}$
циркония	$\gg 2 \cdot 10^{-4}$	$\gg 1 \cdot 10^{-2}$



## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 18904.0 с дополнением: за результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, каждое из которых выполняют из отдельной навески.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф дифракционный типа ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм или аналогичный.

Фотозлектрическая установка ДФС-36 или ДФС-44.

Электронно-вычислительная машина «Искра-1256» или «Д-3—28» или аналогичного типа.

Генератор УГЭ-4 или выпрямитель 250—300 В, 20—30 А.

Микрофотометр типа МФ-2 или аналогичный.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.

Виброустановка MEAS PRANA TYP T22, 220 В, 50 Hz, 20 W, ЧССР или другое устройство для перемешивания и растирания проб.

Ступки и пестики из тантала и из органического стекла.

Печь муфельная.

Шкаф сушильный.

Плитка электрическая.

Станок для заточки угольных электродов.

Угли спектральные ОСЧ-7—3 или С-3, диаметром 6 мм.

Электроды, выточенные из углей спектральных:

типа «рюмка»: диаметр кратера — 4 мм, глубина кратера — 3 мм, высота наружной стенки — 5 мм, высота ножки — 3 мм, диаметр ножки 2,5 мм; заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 2 мм.

Колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>.

Чашки кварцевые.

Чашки и тигли платиновые.

Тигли из стеклоуглерода.

Стакан из винипласта вместимостью 2000 см<sup>3</sup>.

Воронка из органического стекла.

Колба Бунзена из органического стекла.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

Ткань перхлорвиниловая.

Алюминий металлический по ГОСТ 13276.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 или полученный насыщением очищенной воды газообразным аммиаком в полиэтиленовом со-  
суде.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Барий углекислый по ГОСТ 4158.

Ванадия (V) окись.

Железа (III) окись.

Графит порошковый ос. ч. по ГОСТ 23463 или порошок угольный из углей ОСЧ-7—3 или С-3 с последующей очисткой соляной кислотой, обработкой фтористоводородной кислотой и сушкой в муфельной печи при 400°C в течение 1—2 ч. Сушку ведут в платиновой чашке или тигле из стеклоуглерода.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Кальций азотнокислый 4-водный по ГОСТ 4142.

Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1 или по ГОСТ 4461, дважды перегнанная в кварцевом аппарате.

Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262, разбавленная 1:1.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261, разбавленная 2:1, или по ГОСТ 3118, перегнанная в кварцевом аппарате.

Кислота фтористоводородная ос. ч.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Магний азотнокислый по ГОСТ 11088.

Магния окись по ГОСТ 4526

Марганец (II) хлористый 4-водный по ГОСТ 612.

Медь азотнокислая.

Медь металлическая электролитическая марки М-0, М-1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Никель сернокислый 7-водный по ГОСТ 4465.

Ниобия (V) окись.

Олова (IV) окись по ГОСТ 22516

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Сурьмы (III) окись.

Тантал порошкообразный высокой чистоты или тантала (V) окись, чистая по определяемым примесям.

Титана (IV) окись.

Трибутилфосфат очищенный.

Циркония (IV) окись.

Фотопластинки спектральные тип I, тип II, ЭС или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения фотометрируемых линий и фона спектра.

Проявитель контрастный.

Фиксаж кислый.

Стандартные растворы с массовой концентрацией 10 мг/см<sup>3</sup>: навеску металлического алюминия массой 5 г растворяют в 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 2:1, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают;

навеску азотнокислого кальция массой 5,8902 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают;

навеску азотнокислого магния массой 6,0987 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают; либо навеску окиси магния массой 1,6583 г растворяют в 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Навеску хлористого марганца массой 3,603 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Навеску азотнокислой меди массой 3,8022 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают; либо 1 г электролитической меди растворяют в кварцевой чашке при нагревании в 25 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

Навеску сернистого никеля массой 4,785 г растворяют в воде, содержащей 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Значение массы навески уточняют после определения основного вещества в сернистом никеле.

Навеску дважды перекристаллизованного двуххромовокислого калия массой 2,828 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление буферной смеси

20 г графитового порошка, 2,5 г хлористого натрия, 0,05 г трехоксида сурьмы и 1,0 г углекислого бария перемешивают в ступке в течение 1 ч или на виброустановке в течение 40—50 мин.

#### 3.2. Приготовление образцов сравнения

Образцы сравнения (ОС) готовят на основе окиси тантала, чистой по определяемым примесям, т. е. эти примеси не обнаружены при проведении анализов, приведенных в разд. 4 и 5 настоящего стандарта. Допускается приготовление основы из порошка тантала высокой чистоты по п. 3.2.1.

##### 3.2.1. Приготовление основы

Навеску порошка тантала массой 500 г помещают в винилпластовый стакан, смачивают водой до образования густой кашицы, порциями (после прекращения бурной реакции) добавляют 1100 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, затем по каплям добавляют азотную кислоту до прекращения выделения окислов азота. После охлаждения раствор фильтруют в колбу Бунзена из органи-