

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения тантала

Feroniobium. Method for determination
of tantalum

ГОСТ

15933.6—90

ОКСТУ 08 09

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯРСрок 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/дм³.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

Бриллиантовый зеленый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³: 2,5 г бриллиантового зеленого растворяют в 250 см³ во-



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 сернистый 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 пиросернистого натрия при температуре 800 °С до получения прозрачного плава. Охлажденный тигель с плавом переносят в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 80 см³ горячего раствора виннокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения плава, добавив 10 см³ раствора аммиака. Тигель удаляют, обмыв его водой. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают или 0,05 г металлического тантала помещают в платиновую чашку, приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до полного растворения навески, приливают 5 см³ серной кислоты, обмывают стенки чашки водой и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. После охлаждения в чашку приливают 10 см³ воды, 1 г щавелевокислого аммония, переносят содержимое чашки в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация тантала в растворе А равна 0,0005 г/см³.

Раствор Б: 20,0 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором виннокислого аммония и перемешивают.

Массовая концентрация тантала в растворе Б равна 0,0001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до полного растворения навески. Затем добавляют 2 см³ серной кислоты, обмывают стенки чашки водой и выпаривают содержимое чашки до выделения паров серной кислоты. После этого чашку смывают с плиты, охлаждают и приливают 30 см³ раствора виннокислого аммония. Вываривают на плите до полного осветления 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 ферронитри (табл. 1).

Таблица 1

Массовая доля тантала, %	Вместимость мерной колбы, см ³	Аликвотная часть раствора, см ³
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 см³ раствора виннокислого аммония. Затем приливают 2,0 см³ раствора серной кислоты, 10,0 см³ смеси толуола с ацетоном, 1,0 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 1,0 см³ раствора бриллиантового зеленого и экстрагируют 1 мин.

Через 3 мин отбирают сухой пипеткой 7,0 см³ экстракта, который помещают в стеклянную пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно добавлено 3,0 см³ ацетона. Содержимое пробирки перемешивают. Измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 640 нм или на фотоэлектродетекторе 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 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см³ 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 см³ переносят в делительную воронку, добавляют 3 см³ 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

$$X = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100,$$