

ТАНТАЛ И ЕГО ОКИСЬ

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯРФотометрический метод определения молибдена
и вольфрамаГОСТ
18904.1—89Tantalum and its oxide. Photometrical method for
determination of molybdenum and tungsten

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения массовых долей молибдена и вольфрама (от 0,004 до 0,04 % каждого) в тантале и его окиси.

Метод основан на последовательной экстракции амилацетатом или хлороформом окрашенных комплексных соединений молибдена или вольфрама с дитиолом из разных аликвотных частей раствора с последующим измерением оптической плотности экстрактов.

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 трех параллельных определений, каждое из которых выполняют из отдельной навески.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.

Печь муфельная.

Плитка электрическая.

Тигли никелевые.

Воронки делительные вместимостью 50—75 см³.Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³.Колбы конические вместимостью 100 см³.Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см³.Микробюретка вместимостью 5 см³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 50—100 см³.

Весы аналитические.

Ступка и пестик фарфоровые.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Амилацетат.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³.

Вольфрам металлический.

Вольфрам (VI) окись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Молибден металлический.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299, высшей очистки.

Титан металлический.

Хлороформ (трихлорметан).

Цинк-дителиол (3,4-димеркаптотолуола цинковая соль).

Суспензия цинк-дителиола: навеску массой 0,1 г цинк-дителиола смачивают спиртом, растирают в фарфоровой ступке, добавляют 25 см³ спирта, перед применением суспензию взбалтывают.

Раствор титана трихлорида с массовой концентрацией 150 г/дм³: навеску массой 0,5 г титана металлического помещают в стакан вместимостью 25—50 см³, добавляют 10 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании на плитке, добавляя соляную кислоту до постоянного объема (10 см³); раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более трех суток.

Стандартный раствор вольфрама, содержащий 0,1 мг вольфрама в 1 см³ готовят одним из двух способов.

Первый способ: навеску вольфрама массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 5—10 см³ воды, 20—25 см³ перекиси водорода и нагревают до растворения навески, периодически помешивая. Затем осторожно, по каплям, добавляют 2 см³ аммиака и снова подогревают до обесцвечивания раствора. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Второй способ: навеску окиси вольфрама массой 0,1261 г, прокаленной до постоянной массы при 690—700°C, помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 20—25 см³ раствора гидроокиси натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор вольфрама, содержащий 0,01 мг вольфрама в 1 см³ (рабочий), готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,1 мг молибдена в 1 см³ готовят одним из двух способов.

Первый способ: навеску молибдена массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют в 5 см³ раствора перекиси водорода, добавляют избыток аммиака, раствор кипятят до обесцвечивания и удаления перекиси водорода. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Второй способ: навеску молибденовокислого аммония массой 1,840 г растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор молибдена, содержащий 0,01 мг молибдена в 1 см³ (рабочий), готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску тантала или его окиси массой 0,3—0,5 г (при массовой доле молибдена до 0,02% — навеска 0,5 г) помещают в никелевый тигель, в котором предварительно расплавлен на плитке 1 г гидроокиси натрия, добавляют 3 г гидроокиси натрия, помещают тигель в холодную муфельную печь, доводят температуру до 800—850°C и сплавляют до получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают, плав обрабатывают 60 см³ воды при кипячении.

После охлаждения раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют до отстаивания осадка. В два стакана вместимостью 50—70 см³ помещают по 10—15 см³ прозрачного раствора, при необходимости добавляют воду до 15 см³, приливают по 15 см³ соляной кислоты и перемешивают.

3.1.1. Для определения молибдена в один из стаканов приливают 2 см³ суспензии цинк-дитиола и оставляют на 15 мин, изредка перемешивая. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 см³, приливают точно 5 см³ амилацетата или хлороформа, взбалтывают 1 мин; после расслоения водную фазу отбрасывают, экстракт переводят в сухую кювету с толщиной слоя 3—10 мм (кювету с толщиной слоя 3—5 мм используют, если масса молибдена более 14 мкг), накрывают ее крышкой и оставляют стоять до исчезновения пузырьков.

3.1.2. Для определения вольфрама в другой стакан добавляют 10 капель раствора трихлорида титана (появление фиолетовой окраски). При наличии молибдена прибавляют 1,5 см³ свежепри-