

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли
пятиокиси танталаNiobium pentoxide
Method for the determination of
pentoxide tantalum contentГОСТ
18184.4—79Взамен
ГОСТ 18184.4—72Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая
1979 г. № 1695 срок действия установленс 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01. 91/учет. 25
Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и
устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения
массовой доли пятиокиси тантала от 0,06 до 0,45%.Метод основан на экстракции фторотантала кристаллического
фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатно-тарtrateной
среды и фотометрировании экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60 или прибор аналогично-
го типа.Печь муфельная с терморегулятором на температуру
800—850°C.

Весы аналитические.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью
80 мл.Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью
15 мл.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 2—3 мл.

Колбы мерные вместимостью 100 и 500 мл.

Цилиндры мерные вместимостью 50 и 100 мл.

Тигли фарфоровые.

Пипетки стеклянные с делениями вместимостью 5 и 10 мл.

Полиэтиленовые банки вместимостью 500 мл.

Тантала пятиокись, содержащая не менее 99,5% Ta_2O_5 .

Натрий серноокислый пиро по ГОСТ 18344—78, ч. д. а.

Аммоний винноокислый по ГОСТ 4951—79, ч. д. а., 10%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., плотностью 1,84 г/см³ и 10 н. раствор.

Раствор для разбавления; готовят следующим образом: 10 г пиро серноокислого натрия помещают в тигель и расплавляют в муфельной печи до удаления паров серной кислоты, плав растворяют в 200 мл горячего раствора винноокислого аммония, приливают 100 мл воды, 45 мл 10 н. раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доливают водой до метки (рН раствора должен быть 1—1,3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч. д. а., разбавленный 1:9.

Толуол по ГОСТ 5789—78, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор, хранят в склянке из темного стекла. Раствор годен для работы через сутки после приготовления и фильтрования через фильтр «синяя лента».

Натрий фтористый, ос. ч., 5%-ный насыщенный раствор; готовят следующим образом: 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 мл горячей воды, раствор с нерастворившимся остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь; отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку и фильтруют через фильтр «синяя лента».

Основной раствор пятиокиси тантала; готовят следующим образом: 0,0500 г пятиокиси тантала помещают в тигель и сплавляют в муфельной печи при температуре 800—850°C с 2 г пиро серноокислого натрия до получения прозрачного плава. К плаву добавляют 40 мл горячего раствора винноокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения, добавляя 10 мл водного раствора аммиака. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до метки; 1 мл основного раствора содержит 0,5 мг пятиокиси тантала.

2 мл основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствором для разбавления до метки — раствор А; 1 мл раствора А содержит 10 мкг пятиокиси тантала. Раствор А годен в течение 2—3 суток после приготовления.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые

растворы: в кварцевые цилиндры с притертыми пробками вводят 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,4; 1,8 мл раствора А, что соответствует 2; 4; 6; 8; 10; 14; 18 мкг пятиоксида тантала. Объем раствора в каждом цилиндре доводят раствором для разбавления до 10 мл; рН полученных растворов должен быть 1—1,3 (рН устанавливают в отдельной аликвоте по универсальной индикаторной бумаге, если рН не достигнут, приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). Затем к каждому полученному раствору приливают по 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового. Кварцевые цилиндры закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей точно 7 мл экстракта и переносят в сухие пробирки с притертой пробкой, в которые предварительно добавлено точно 3 мл ацетона. Содержимое пробирок перемешивают.

Одновременно в двух кварцевых цилиндрах параллельно готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме раствора А.

Оптическую плотность образцовых растворов измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к раствору сравнения, в качестве которого используют воду, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, пользуясь светофильтром № 5 при длине волны 590 нм.

Из значения оптической плотности образцовых растворов вычитают среднее значение оптической плотности контрольного раствора.

Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать значения 0,03.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы пятиоксида тантала в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,25 г пятиоксида ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850°C с 5 г пиро-сернокислого натрия и 1—2 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ до получения прозрачного плава и до прекращения выделения паров серной кислоты. Плава растворяют при кипячении в 100 мл раствора виннокислого аммония, добавляют 50 мл воды и 23 мл 10 н. раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят водой до метки (рН раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге). Пипеткой отбирают 4 или 5 мл полученного раствора (при массо-

вой доле пятиокиси тантала от 0,06 до 0,2% отбирают 5 мл; при массовой доле свыше 0,2% отбирают 4 мл) и переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, затем разбавляют до 10 мл раствором для разбавления; pH полученного раствора должен быть 1—1,3 (pH устанавливают в отдельной аликвотной части, если он не достигнут — приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). К полученному раствору приливают 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового и далее проводят экстракцию и измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п. 3.1.

Одновременно через все стадии анализа в двух кварцевых цилиндрах параллельно готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме анализируемой пробы. Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать значения 0,04. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее арифметическое значение оптической плотности контрольного раствора.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу пятиокиси тантала в микрограммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю пятиокиси тантала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиокиси тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — аликвотная часть раствора, взятая для определения, мл;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами и результатами двух анализов не должны превышать величин, указанных в таблице, при доверительной вероятности $P=0,95$.

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. К трем одинаковым аликвотным частям объемом по 4 мл одного из анализируемых растворов пробы, в каждой из которых масса пятиокиси тантала, установленная по разд. 4—5, составляет 6 мкг, добавляют по 0,6 мл раствора А, что соответствует 6 мкг пятиокиси тантала. Полученные растворы анализируют, как указано выше. За результат анализа аликвотных частей с добавками пятиокиси тантала принимают среднее арифмети-