

ГОСТ 9853.10—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ



ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения ниобия и тантала

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика Республика Беларусь Республика Казахстан Российская Федерация Туркменистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Беларуси Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России Главная государственная инспекция Туркменистана Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.10—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ**Метод определения ниобия и тантала**

Sponge titanium. Method for determination of niobium and tantalum

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения ниобия (при массовой доле ниобия от 0,002 % до 0,01 %) и экстракционно-фотометрический метод определения тантала (при массовой доле тантала от 0,001 % до 0,005 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на отделении ниобия и тантала от титана и сопутствующих примесей двукратным осаждением ниобия и тантала танином в солянокислой среде, последующем сплавлении осадка с пиросульфатом калия, образовании в присутствии винной кислоты окрашенного в красный цвет комплексного соединения ниобия с цианформазапом-2 с последующим измерением оптической плотности раствора.

Тантал определяют путем экстракции бензолом комплексного соединения тантала с кристаллическим фиолетовым и последующего измерения оптической плотности экстракта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 5712—78 Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5955—75 Бензол. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросульфидный

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю ниобия и тантала определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или фотометрический колориметр концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, 1:4, 1:9 и 1:49.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, $\rho = 1,35\text{--}1,40$ г/см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, $\rho = 1,84$ г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее X.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор массовых концентраций 200 и 40 г/дм³.

Танин по Государственной фармакопее X, раствор массовых концентраций 30 и 10 г/дм³, последний готовят растворением танина в 1000 см³ раствора соляной кислоты (1:9).

Калия пиросульфат (калий пиросерноокислый) по ГОСТ 7172.

Натрия фторид (натрий фтористый) по ГОСТ 4463, раствор массовой концентрации 50 г/дм³.

Бензол по ГОСТ 5955.

Аммония гидрооксалата моногидрат (аммоний щавелевокислый) по ГОСТ 5712, раствор массовой концентрации 40 г/дм³.

Цианформазан-2 по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кристаллический фиолетовый по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 2 г/дм³.

Фильтры обеззоленные «красная лента» и «белая лента» по действующему нормативному документу.

Этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты динатриевой соли дигидрат (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм³.

Государственные стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы ниобия.

Раствор А: 0,3575 г оксида ниобия (V) сплавляют с 7 г пиросульфата калия в платиновом тигле при температуре (793±25) К. Плав растворяют в 100 см³ раствора винной кислоты массовой концентрации 200 г/дм³, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Годен к применению в течение месяца.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г ниобия.

Раствор Б: 2 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором винной кислоты массовой концентрации 40 г/дм³ до метки и перемешивают. Готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г ниобия.

Стандартные растворы тантала.

Раствор А: 0,1526 г оксида тантала (V) сплавляют с 5—6 г пиросульфата калия в платиновом тигле при температуре (793±25) К. Плав растворяют в 150 см³ раствора моногидрата гидрооксалата аммония при нагревании, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают водой до метки. Раствор годен к применению в течение двух недель.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г тантала.

Раствор Б: 2 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают раствором моногидрата гидрооксалата аммония до метки и перемешивают. Готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,000004 г тантала.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Стакан накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и ведут растворение при умеренном нагревании. Объем раствора поддерживают постоянным, периодически добавляя раствор соляной кислоты (1:1). После полного растворения навески в раствор приливают примерно 1 см³ азотной кислоты до обесцвечивания раствора и кипятят до удаления оксидов азота, после чего добавляют 0,5 г аскорбиновой кислоты и раствор разбавляют водой примерно до 200 см³. В стакан с раствором помещают бумажную массу, приливают 100 см³ раствора