

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

Метод определения тантала

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination
of tantalum

ГОСТ
23862.30—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения тантала (от $2 \cdot 10^{-2}$ до $3 \cdot 10^{-1}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на экстракции фторотанталата кристаллического фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатноартратной среды и последующем измерении оптической плотности экстракта. Содержание тантала находят по градуировочному графику.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 800°C .

Плитка электрическая.

80 Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью мл.

15 Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью мл.

Пипетки из полиэтилена.

Колбы мерные вместимостью 100, 200 мл.

Воронки конические.

Стаканы вместимостью 100, 250 мл.

Тигли кварцевые вместимостью 40—80 мл.

Пипетки стеклянные на 1, 5 и 10 мл.

Стекла часовые.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1:1 и 1%-ный раствор.

Таннин (светлый) 10 и 0,5%-ные растворы в 1%-ной соляной кислоте.

Желатина техническая по ГОСТ 4321—77, 1%-ный раствор: навеску желатины оставляют в стакане с водой на холоду до набухания, затем содержимое стакана нагревают до кипения при помешивании и охлаждают при комнатной температуре.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 10 н. раствор.

Натрий пироксерноокислый по ГОСТ 18344—78, ч. д. а., 4%-ный раствор.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—71, 10 и 4%-ные растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., концентрированный и разбавленный 1:9.

Раствор для разбавления: 10 г пироксерноокислого натрия, прокаленного до удаления паров серной кислоты, растворяют в 200 мл 10%-ного горячего раствора виннокислого аммония, приливают 5 мл концентрированного аммиака, 100 мл воды, 45 мл 10 н. серной кислоты и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 500 мл водой до метки (рН раствора равен 1—1,3).

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Ацетон по ГОСТ 2603—71.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор; годен к употреблению через день после приготовления. Можно хранить длительное время в затемненном месте.

Натрий фтористый по ГОСТ 18344—78, ч. д. а., 5%-ный (насыщенный) раствор: 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 мл горячей воды. Раствор с остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь. Отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку.

Тантала пятиокись с массовой долей основного вещества не менее 99,5%.

Стандартный раствор тантала (запасной), содержащий 0,5 мг/мл тантала: навеску пятиокиси тантала массой 0,061 г сплавляют с 2 г пироксерноокислого натрия. К плаву добавляют 40 мл горячего 10%-ного раствора виннокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения, добавляя постепенно 10 мл аммиака, разбавленного 1:9. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор тантала (рабочий), содержащий 10 мкг/мл тантала, готовят разбавлением стандартного запасного раствора тантала раствором для разбавления в 50 раз. Годен в течение 2—3 дней после приготовления.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 1—2 г (в зависимости от содержания тантала) растворяют в 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Раствор разбавляют до ~100 мл водой (допускается небольшой осадок), нагревают 3—5 мин.

Затем приливают при помешивании 10 мл 10%-ного раствора таннина, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят 15—20 мин, поддерживая объем 110 мл добавлением нагретой воды. По охлаждении приливают 10 мл раствора желатины и раствор с осадком оставляют стоять не менее чем на 2—3 ч.

Осадок отфильтровывают и несколько раз промывают 0,5%-ным раствором таннина. Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель, сушат, сжигают, прокаливают в муфельной печи при 800°C и сплавляют с 2 г пироксернистого натрия до получения однородного плава.

После охлаждения плавы выщелачивают 20 мл 10%-ного горячего раствора виннокислого аммония с добавлением 10 мл аммиака, разбавленного 1 : 9.

Раствор (объем 50—70 мл) нагревают помешивая, кипятят несколько минут и по охлаждении переводят в мерную колбу вместимостью 200 мл. Приливают 20 мл 10%-ного раствора виннокислого аммония, 50 мл раствора пироксернистого натрия и доводят объем раствора водой до метки.

Отбирают 1 мл раствора, переносят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой и разбавляют до 10 мл раствором для разбавления, рН раствора должен быть равен 1—1,3. Если рН раствора имеет другое значение, то его доводят до нужной величины добавлением по каплям 10 н. серной кислоты или аммиака (1:9). К полученному раствору приливают 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 2 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл 0,2%-ного раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают пипеткой с поршнем или грушей 7 мл экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно введено точно 3 мл ацетона, перемешивают. Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 490$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать 0,04, в противном случае заменяют реактивы. Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Массу тантала находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В кварцевые цилиндры с притертой пробкой вводят 0,10; 0,30; 0,50; 0,70; 0,90; 1,10; 1,30; 1,50 мл раствора тантала (содержащего 10 мкг/мл тантала) и разбавляют до 10 мл раствором для разбавления с рН раствора, равным 1—1,3. Приливают 9 мя толуола, 1 мл ацетона, 2 мл фтористого натрия и 1 мл раствора кристаллического фиолетового. Цилиндр закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей 7 мл экстракта и переносят в сухую пробирку с притертой пробкой, в которую предварительно введено 3 мл ацетона. Содержимое пробирки перемешивают и переводят в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \approx 490$ нм.

В один из цилиндров вводят все реактивы, за исключением тантала (нулевой раствор). Оптическая плотность нулевого раствора не должна превышать 0,03, в противном случае меняют посуду или реактивы. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из оптических плотностей стандартных растворов. Измерение проводят пять раз из новых порций раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу тантала. Отдельные точки графика проверяют не реже одного раза в месяц.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 2 \cdot 10^{-2},$$

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

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должны превышать допустимых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля тантала, %	Допускаемые расхождения, %	Массовая доля тантала, %	Допускаемые расхождения, %
$2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$4 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$	$4 \cdot 10^{-2}$
$8 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$	$6 \cdot 10^{-2}$

Изменение № 2 ГОСТ 23862.30—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Метод определения тантала

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1205

Дата введения 01.01.91

По всему тексту стандарта заменить обозначение концентрации: М на моль/дм³.

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Фотоэлектроколориметр ФЭК-56, спектрофотометр или аналогичный прибор»;

заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %», в 1 %-ном растворе соляной кислоты» на «в растворе соляной кислоты с массовой долей 1 %»;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78»;

последний абзац. Заменить слова: «2—3 дней» на «2—3 сут».

Пункт 3.1. Седьмой абзац. Заменить слова: «Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \simeq 490$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм» на «Оптическую плотность измеряют при $\lambda_{\max} \simeq 590$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{\max} \simeq 490$ нм» на «Оптическую плотность измеряют при $\lambda_{\max} \simeq 590$ нм».