

Изменение № 2 ГОСТ 18184.4—79 Ниобия пентаокись. Метод определения массовой доли пентаоксида тантала

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 759

Дата введения 01.11.90

Наименование стандарта Заменить слово «Метод» на «Методы», «Method» на «Methods»

Вводная часть Второй абзац Заменить слова «сульфатно тартратной» на «сульфатно-оксалатной»

Пункт 11 Заменить ссылку ГОСТ 18184 0—79 на ГОСТ 18385 0—89

Раздел 2 Девятый абзац Заменить слова «Тигли фарфоровые» на «Тигли кварцевые».

дополнить абзацем (после одиннадцатого) «Бумага индикаторная «Рфан», рН 0,4—1,4 или «Рифан», рН 0,3—2,2».

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции Аммоний щавелевокислый, ч да, раствор с массовой долей щавелевокислого аммония 10 %», шестнадцатый, двадцать второй абзацы Заменить слова «виннокислого аммония» на «щавелевокислого аммония».

двадцать третий абзац Заменить слова «2—3 суток» на «сутки»

Пункт 31 Первый абзац Заменить слова «по универсальной индикаторной бумаге» на «по индикаторной бумаге», 1,8 см<sup>3</sup> раствора» на «2 см<sup>3</sup> раствора», пятый абзац Заменить значение 0,03 на 0,03—0,04

Пункт 41 Первый абзац изложить в новой редакции «0,1 г пентаоксида ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850 °С с 2 г пиро сернокислого натрия и 1—2 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> до получения прозрачного плава и до прекращения выделения паров серной кислоты Плава растворяют при кипячении в 40 см<sup>3</sup> раствора щавелевокислого аммония, добавляют 20 см<sup>3</sup> воды и 9 см<sup>3</sup> 10 н раствора серной кислоты Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до

(Продолжение см. с. 200)

метки (рН раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге) Пипеткой отбирают 4 или 5 см<sup>3</sup> полученного раствора (при массовой доле пятиоксида тантала от 0,06 до 0,2 % отбирают 5 см<sup>3</sup>, при массовой доле свыше 0,2 % отбирают 4 см<sup>3</sup>) и переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой затем разбавляют до 10 см<sup>3</sup> раствором для разбавления, рН полученного раствора должен быть 1—1,3 (рН 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 см<sup>3</sup> толуола 1 см<sup>3</sup> ацетона 2 см<sup>3</sup> раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 см<sup>3</sup> раствора кристаллического фиолетового и далее проводят экстракцию и измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п 31»

Пункт 51 Формулу изложить в новой редакции

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

заменить слова «в таблице» на «в табл 1»

таблицу дополнить словами «Таблица 1»

Стандарт дополнить разделом — 6

#### «6 Экстракционно-фотометрический метод определения пятиоксида тантала (при массовой доле от 0,02 до 0,10 %)

Метод основан на измерении оптической плотности толуольного экстракта фтортантала бромидом бриллиантового зеленого

6.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК 2 или аналогичный

Весы аналитические

Плитка электрическая лабораторная с закрытой спиралью мощностью 3 кВт

(Продолжение см с 201)

Электропечь сопротивления камерная лабораторная СНОЛ 1,6 2,5 1/11—И2 или аналогичная.

Центрифуга лабораторная марки ЦЛК—1 или аналогичная.

Пипетка 1—2—2, 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25, 2—2—50, 6—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Бюретки 6—2—5, 1—2—100 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры 1—500, 1—2000 по ГОСТ 1770—74.

Колбы 2—100—2, 2—200—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82.

Стакан кварцевый вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Стакан фторпластовый вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Банки полиэтиленовые БН-0,5 и бидон БДЦ-5,0.

Пробки из пластмассы.

Цилиндры из полиэтилена вместимостью 60 см<sup>3</sup>.

Пробирки центрифужные из полиэтилена вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор 5 моль/дм<sup>3</sup> и 1,4 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч., раствор 7,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор для отмывки экстракта с концентрацией серной кислоты 1,18 моль/дм<sup>3</sup> и фтористоводородной кислоты 1,18 моль/дм<sup>3</sup> и 0,98 моль/дм<sup>3</sup>.

Для приготовления 5 дм<sup>3</sup> раствора для отмывки помещают в полиэтиленовый бидон 245 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты концентрации 20 моль/дм<sup>3</sup>, 1175 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации 5 моль/дм<sup>3</sup>, 3580 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают в течение 30—40 с.

Бриллиантовый зеленый, ч., водный раствор с массовой долей реагента 0,3 %. Растворяют 0,3 г реагента в 99,7 г воды на холоде в течение 1 ч при перемешивании с помощью электромеханической мешалки.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Аммоний серноокислый.

Калий серноокислый пиро по ГОСТ 7172—76, ч. д. а.

Порошок танталовый (высокой чистоты) с массовой долей тантала не менее 99,54 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

## 6.2. Подготовка к анализу

### 6.2.1. Приготовление основного типового раствора и рабочих растворов.

Основной раствор с массовой долей 0,200 г/дм<sup>3</sup> пятиокиси тантала: металлический порошок тантала массой 0,0819 г помещают во фторопластовый стакан, добавляют полиэтиленовой пипеткой 5,0 см<sup>3</sup> концентрированной фтористоводородной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают на плитке до полного растворения навески и упаривают до объема 1—2 см<sup>3</sup>. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, в которую предварительно помещают 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, доводят до метки и перемешивают в течение 30—40 с. Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Рабочие растворы с массовыми концентрациями 2,0 мкг/см<sup>3</sup> и 20,0 мкг/см<sup>3</sup> пятиокиси тантала; отбирают пипеткой 2,0 и 2,0 см<sup>3</sup> основного раствора в мерные колбы вместимостью 200 см<sup>3</sup>, добавляют 56,0 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации 5 моль/дм<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают в течение 30—40 с.

### 6.2.2. Построение градуировочных графиков

В полиэтиленовые цилиндры приливают из бюретки 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, 10,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора с массовой долей пятиокиси тантала 2,0 мкг/см<sup>3</sup> и 1,0, 2,0, 3,0 4,0 5,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора с массовой долей 20,0 мкг/см<sup>3</sup>. Доводят раствором серной кислоты концентрации 1,4 моль/дм<sup>3</sup> до 10,0 см<sup>3</sup> добавляют полиэтиленовой пипеткой 1,5 см<sup>3</sup> раствора (7,5 моль/дм<sup>3</sup>) фтористоводородной кислоты, 25,0 см<sup>3</sup> толуола, вводят из бюретки 11,0 см<sup>3</sup> раствора бриллиантового зеленого и встряхивают в течение 60 с на электромеханическом

(Продолжение см. с. 202)

встряхивателе или вручную После расслаивания фаз (1—1,5 мин) экстракт (10 см<sup>3</sup>) помещают в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 3 мин со скоростью 3000 об/мин

Оптическую плотность измеряют на КФК-2 в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 5,0 мм в интервале 20—100 мкг пятиокиси тантала и кюветках 30,0 мм в интервале 4—20 мкг пятиокиси тантала при длине волны (590±10) нм В качестве раствора сравнения используют толуол

Одновременно через все стадии построения градуировочных графиков проводят два параллельных контрольных опыта. Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать значения 0,03 в кювете 30 мм и значения 0,005 в кювете 5 мм В противном случае меняют реактивы и растворы По полученным данным строят два градуировочных графика

### 6.3 Проведение анализа

Пробу массой 0,1000 г помещают во фторопластовый стакан, добавляют полиэтиленовой пипеткой 10 см<sup>3</sup> концентрированной фтористоводородной кислоты, затем пипеткой 2,0 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 8,0 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, нагревают на плитке до начала выделения паров серной кислоты, затем продолжают нагрев еще 2—3 мин Стаканы охлаждают до температуры (25±5) °С, добавляют 3,0 г сульфата аммония, разбавляют водой до 10 см<sup>3</sup> и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают в течение 30—40 с

Если проба в кислотах растворяется не полностью, то проводят сплавление пробы с пиросульфатом калия Пробу массой 0,1000 г помещают в кварцевый стакан, добавляют 3,0 г пиросерникоислого калия и сплавляют в электропечи при температуре 800 °С до получения прозрачного плава. По охлаждении (25±5) °С плав растворяют в 8,0 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты при нагревании на электроплитке в течение 3—5 мин. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают до температуры (25±5) °С, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают в течение 30—40 с

Аликвотную часть полученного раствора, содержащую 1—100 мкг пятиокиси тантала, помещают в полиэтиленовый цилиндр вместимостью 60 см<sup>3</sup>, доводят раствором серной кислоты концентрации 5 моль/дм<sup>3</sup> до 10 см<sup>3</sup>, добавляют 1,5 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты концентрации 7,5 моль/дм<sup>3</sup> и оставляют на 8—10 мин Добавляют пипеткой 25 см<sup>3</sup> толуола, 11 см<sup>3</sup> раствора бриллиантового зеленого и производят экстракцию, как описано в п. 6.2.2. После расслаивания фазы разделяют и экстракт в количестве 20—25 см<sup>3</sup> отмыывают Для этого к экстракту полиэтиленовой пипеткой добавляют 10,5 см<sup>3</sup> раствора для отмывки, вводят 10 см<sup>3</sup> раствора бриллиантового зеленого и перемешивают, как описано в п. 6.2.2 После расслаивания фазы разделяют и экстракт в количестве не менее 16,0 см<sup>3</sup> вторично подвергают отмывке После расслаивания фаз 10 см<sup>3</sup> экстракта помещают в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 3 мин со скоростью 3000 об/мин

Оптическую плотность толуольного экстракта измеряют на КФК-2, как описано в п. 6.2.2 В закрытых полиэтиленовых пробирках экстракты стабильны в течение 4 ч

### 6.4 Обработка результатов

Массовую долю пятиокиси тантала ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 1000000} ,$$

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

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>,

$m$  — масса навески, г;

$V_1$  — аликвотная часть раствора, взятая для экстракции, см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений Расхождение результатов двух параллельных определений

(Продолжение см. с. 203)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184-4-79)

при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2

Таблица 2

Массовая доля по пятиокиси тантала, %	Допускаемое расхождение, %
0,02	0,004
0,05	0,01
0,10	0,02

6.4.1. Правильность результатов анализа проверяют методом добавок. Суммарная массовая доля пятиокиси тантала в пробе с добавкой должна быть не меньше утроенной величины нижней границы определяемых массовых долей и не больше верхней границы определяемых массовых долей.

Суммарную массовую долю пятиокиси тантала ( $X_2$ ) в пробе с добавкой в процентах вычисляют по формуле

(Продолжение см с 204)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.4—79)

$$X_2 = X_{a1} + \frac{m_1}{m_2} \cdot 10^{-4},$$

где  $X_{a1}$  — массовая доля пятиоксида тантала в пробе, %;  
 $m_1$  — масса пятиоксида тантала, введенная с добавкой, мкг;  
 $m_2$  — масса навески пробы, г

Анализ считают правильным, если разность  $X_2$  и значение результата анализа пробы с добавкой не превышает

$$\Delta = 0,7 \cdot \sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где  $d_1$  — допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений в пробе без добавки;  
 $d_2$  — допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений в пробе с добавкой.

При разногласиях в оценке качества определение проводят, как указано в пп. 2—5».

(ИУС № 7 1990 г.)