

НИОБИЙ

Спектральный метод определения тантала

Niobium. Spectral method for the
determination of tantalum**ГОСТ**
18385.7—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на спектральный метод определения массовой доли тантала в слитках ниобия от 0,05 до 1%.

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии тантала от его массовой доли в образце при возбуждении спектра в дуге переменного тока (в режиме низковольтная искра).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18385.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30 с трехлинзовой системой. Генератор дуговой типа ДГ-2, СТУ-81—14—62 или ИВС-28 в искровом режиме (низковольтная искра). Сила тока в первичной обмотке высоковольтного трансформатора в схеме активизатора 0,1 А, сопротивление 250 Ом.

Сила тока разряда в аналитическом промежутке 1 А.

Аналитический промежуток — 1,5 мм.

Промежуток рабочего разрядника — 0,5 мм.

Микрофотометр типа МФ-2.

Спектропроектор типа СПП-2.

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.



Электропечь типа СНОЛ-1,6.2.0.0.8/9-М1.

Шкаф сушильный электрический круглый типа 23—151.00.00.000 ПС.

Шкаф сушильный.

Секундомер по ГОСТ 5072.

Термометр лабораторный.

Цилиндры мерные.

Мензурки мерные.

Колбы мерные.

Ступка и пестик яшмовые или агатовые.

Бокс из органического стекла.

Чашки платиновые № 115—9 по ГОСТ 6563.

Лампа инфракрасная типа ИК 3—500 с регулятором напряжения типа РН 0—250—0,5.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды графитовые для спектрального анализа марки ОСЧ 7—3 с диаметром 6 мм, с каналом глубиной 1 мм и диаметром 4,1 мм (нижние).

Электроды графитовые для спектрального анализа марки ОСЧ 7—3, диаметром 6 мм, высотой заточенной части 5—7 мм и диаметром 4 мм (верхние).

Графитовый порошок марки ОСЧ 7—4.

Пресс масляный, гидравлический давления в 200 кг/см².

Прессформа (диаметром 4,0 мм, глубиной 4,0—5,0).

Батист для чистки оптики.

Фланель для обтирки приборов и генераторов.

Вата минеральная по ГОСТ 4640.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ниобия пятиокись, спектрально чистая.

Тантала пятиокись высокой чистоты, содержащая не менее 99,9% основного вещества.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сервоватистокислый (гипосульфит) по ГОСТ 244.

Пластины фотографические 9×12, типа II или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Проявитель по ГОСТ 10691.1.

Фиксаж: навеску серноватистокислого натрия массой 300 г и навеску хлористого аммония массой 20 г растворяют соответственно в 700 и 200 см³ воды, сливают полученные растворы вместе и доводят объем водой до 1 дм³.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения (ОС)

3.1.1. Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего 10% тантала (в расчете на массовую долю тантала в

смеси металлических ниобия, тантала) на основе пятиоксида ниобия.

Навеску пятиоксида ниобия массой 1,2874 г и навеску пятиоксида тантала массой 0,1221 г перетирают в агатовой или яшмовой ступке под слоем спирта в течение 1—1,5 ч (расход спирта на одну операцию 15 см³). Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

3.1.2. Образцы сравнения (ОС) готовят из основного образца сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия (основа), не содержащей тантала, перетиранием смеси в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и просушиванием под инфракрасной лампой до постоянной массы (расход спирта на одну операцию 70 см³).

Массовая доля тантала в образце сравнения и вводимые в смесь навески пятиоксида ниобия (основа) и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Таблица 1

| Обозначение образца | Массовая доля тантала, % | Масса навески, г | |
|---------------------|--------------------------|------------------|-----------------------|
| | | основы | разбавляемого образца |
| ОС1 | 1,00 | 9,000 | 1,000 (ОС) |
| ОС2 | 0,50 | 4,500 | 4,500 (ОС1) |
| ОС3 | 0,25 | 4,000 | 4,000 (ОС2) |
| ОС4 | 0,10 | 4,500 | 3,000 (ОС3) |
| ОС5 | 0,05 | 2,500 | 2,500 (ОС4) |

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Стружку ниобия промывают соляной кислотой в стеклянном стакане при нагревании. Кислоту сливают, промывают стружку дистиллированной водой и спиртом. Промытую стружку помещают в платиновую чашку и прокалывают в муфеле в течение 4 ч до постоянной массы, постепенно повышая температуру ($850 \pm 50^\circ$) С. Из 1 г металлического ниобия (стружка) должно быть получено 1,430 г пятиоксида ниобия.

Полученную пятиокись тщательно перемешивают, отбирают от нее навеску массой 30 мг и перетирают в яшмовой или агатовой ступке с навеской массой 90 мг очищенного графитового порошка в течение 5 мин.

Подготовленную пробу переносят в прессформу, прессуют при давлении $9,8 \cdot 10^7$ Па. Полученную таблетку помещают в кратер нижнего угольного электрода, добиваясь хорошего контакта между угольным электродом и таблеткой, устанавливают в электрододержатель штатива; верхним электродом является угольный стержень диаметром 4 мм и высотой заточки 7 мм, между которыми зажигают низковольтный искровой разряд.

Сила тока разряда в аналитическом промежутке — 1 А.

Межэлектродное расстояние — 1,5 мм.

Вновь отпрессованные таблетки подвергают предварительному обыскриванию в течение 10 с.

Время экспозиции (60—90 с) выбирают в зависимости от характеристики прибора и сорта применяемых фотопластинок таким образом, чтобы почернения аналитических линий находились в области нормальных почернений для всего интервала определяемых концентраций.

Те же операции, за исключением перевода в пятиокись, выполняют с каждым из рабочих образцов сравнения.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из спектрограмм фотометрированием находят почернения аналитических линий определяемого элемента (тантал) ($S_{Ta+\phi}$), линии элемента сравнения (ниобий) ($S_{Nb+\phi}$) (табл. 2) и фона рядом с линиями (S_{ϕ}) и вычисляют разность почернений для аналитической линии ($S_{Ta+\phi} - S_{\phi}$) и линии элемента сравнения ($S_{Nb+\phi} - S_{\phi}$), затем переходят к соответствующим значениям логарифмов относительной интенсивности

$$\lg \frac{I_{Ta}}{I_{Nb}} = \lg I_{Ta} - \lg I_{Nb},$$

по таблицам, приведенным в приложении к ГОСТ 13637.1.

Т а б л и ц а 2

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии, нм | Линия сравнения, нм |
|----------------------|-------------------------------------|---------------------|
| Тантал | 240,063 | Ниобий — 240,103 |

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочный график в координатах

$$\lg \frac{I_{Ta}}{I_{Nb}} - \lg C,$$

где $\lg C$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в образце сравнения;

$\lg \frac{I_{\text{Ta}}}{I_{\text{Nb}}}$ — логарифм относительной интенсивности аналитической линии и линии сравнения.

Массовую долю тантала в образце ниобия находят по результатам фотометрирования спектров при помощи градуировочного графика.

Разность наибольшего и наименьшего из результатов трех параллельных определений не должна превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

| Определяемый элемент | Массовая доля, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |
|----------------------|------------------|---------------------------------------|
| Тантал | 0,05 | 0,03 |
| | 0,10 | 0,05 |
| | 0,20 | 0,10 |
| | 0,60 | 0,20 |

5.2. Проверка правильности результатов

Один из анализируемых образцов проверяемой серии переводят в пятиокись (см. разд. 4). К навеске пятиокиси ниобия массой 0,5 г добавляют навеску массой 0,5 г второго образца сравнения (для первоначально найденной массовой доли тантала в анализируемом образце, равной 0,25% или меньшей) или навеску массой 0,5 г первого образца сравнения (для массовой доли тантала в анализируемом образце 0,25—0,8%). Смесь тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта (расход спирта на одну операцию 3 см³), высушивают под инфракрасной лампой и анализируют по разд. 4 и 5.

Анализы правильные, если для первой смеси образца и добавки, за вычетом половины первоначально найденной массовой доли в образце, получено $(0,25 \pm 0,1)$ %, а для второй смеси $(0,5 \pm 0,14)$ % тантала.

Если результаты выходят за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализов повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. Полученные средние значения должны быть для первой смеси $(0,25 \pm 0,07)$ %, для второй смеси — $(0,5 \pm 0,1)$ %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ

А. В. Елютин, Ю. А. Карпов, Л. Н. Филимонов, Э. С.
А. С. Терехова, В. Г. Ашхотов

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Государственного комитета СССР по управлению качеством
продукции и стандартам от 11.12.89 № 3644

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-
ТЫ

| Обозначение НГД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|
| ГОСТ 244—23 | Разд 2 |
| ГССТ 3118—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3773—72 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4640—84 | Разд. 2 |
| ГОСТ 6563—75 | Разд. 2 |
| ГОСТ 10691.1—84 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18300—87 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18385.0—79 | 1.1 |

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Тербинкина*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в наб. 03 01.90 Подп в печ. 22 03 90 1,75 усл п л 1,75 усл кр отт. 1,25 уч изд л.
Тир 4000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер. 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1476