УДК 622.349.3-15:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения суммы пятиокисей ниобия и тантала

Raremetallic concentrates.
Method for the determination
of sum of niobium and tantalium pentoxide

ГОСТ 25702.9—83

ОКСТУ 1760.

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3361 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает гравиметрический метод определения суммы пятиокисей ниобия и тантала в ниобиевом (пирохлоровом) концентрате (при массовой доле от 25 до 45 %).

Метод основан на выделении ниобия и тантала танином из раствора с молярной концентрацией соляной кислоты 1 моль/дм^3 и гравиметрическом определении в виде пятиокисей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—93.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические.
Весы технические.
Баня песчаная.
Плитка электрическая.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1- 89)*

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 1000 °С.

Тигли платиновые вместимостью 30 см³.

Тигли фарфоровые вместимостью 30 см³.

Чашки платиновые вместимостью 100 см³.

Чашки из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Воронки стеклянные.

Колбы конические вместимостью 300 см³.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 300 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 10, 50 и 100 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:99 и 1:9.

Кислота сернистая, насыщенный раствор, свежеприготовленный; готовят следующим образом: в коническую колбу вместимостью 300 см³ вливают 150 см³ насыщенного раствора кислого сернистокислого натрия и закрывают колбу пробкой, в которую вставлены капельная воронка и трубка для отвода газа. В воронку наливают серную кислоту и медленно, по каплям, приливают ее в колбу. При этом происходит выделение сернистого газа, который по отводной трубке попадает в склянку с дистиллированной водой, охлаждаемую холодной водой. При ослаблении выделения газа колбу нагревают. Приготовление раствора сернистой кислоты проводят в вытяжном шкафу при действующей вентиляции.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Натрий кислый сернистокислый, насыщенный раствор свежеприготовленный.

Танин, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 1:99, и водный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, смачивают 2—3 см³ воды, осторожно небольшими порциями прибавляют 15 см³ фтористоводородной кислоты, 2 см³ азотной кислоты и выдерживают на песчаной бане 20 мин. Затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1 и упаривают содержимое чашки до появления гус-

тых паров серной кислоты. По охлаждении чашки добавляют 5 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, и вновь упаривают до обильных паров серной кислоты. Чашку охлаждают, стенки чашки обмывают водой и снова упаривают до влажных солей. Содержимое чашки смывают 100 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:9, содержащей 5 см³ перекиси водорода, в стакан вместимостью 300 см³, раствор осторожно при перемешивании нагревают при температуре не выше 60 °С до растворения солей и просветления раствора, следя за тем, чтобы не разлагалась перекись водорода (обильное выделение пузырьков). Раствор фильтруют от неразложившегося остатка (циркон), фильтр промывают 3—4 раза раствором соляной кислоты, разбавленной 1:99, содержащим 2 см³ перекиси водорода и доводят объем раствора в стакане до 150 см³ раствором соляной кислоты, разбавленной 1:9. Фильтрат нагревают, добавляют 10 см³ свежеприготовленной сернистой кислоты до обесцвечивания раствора и кипячением разрушают перекись водорода, не обращая внимания на появившуюся муть в растворе, которая может образовываться в результате гидролиза соединений ниобия и тантала. К нагретому раствору добавляют 20 см³ водного раствора танина с массовой концентрацией 100 г/дм³, содержимое стакана кипятят 10 мин, дают скоагулироваться осадку и оставляют на 5—6 ч. Таниновый осадок отфильтровывают и промывают холодным раствором танина с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи при 900 °С до постоянной массы и взвешивают.

Во взвешенном осадке определяют содержимое титана по ГОСТ 25702.14—83 и вычитают его из полученной суммы пятиокисей ниобия и тантала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю суммы пятиокисей ниобия и тантала (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где m_1 — масса осадка окисей ниобия, тантала и титана, г;

m_2 — масса двуокиси титана, г;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля суммы пятиокисей ниобия и тантала, %	Допускаемое расхождение, %
25,0	1,0
35,0	1,2
45,0	1,4

4.1; 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**