

中华人民共和国国家标准

钽 铌 化学 分析 方法  
铁 量 的 测 定

GB/T 15076.4—94

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—  
Determination of iron content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钽、铌中铁含量的测定方法。

本标准适用于钽、铌中铁含量的测定,也适用于其氢氧化物中铁含量的测定,测定范围: $>0.02\%$ ~ $0.3\%$ 。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
- GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用氢氟酸、硝酸溶解,酒石酸-硼酸络合主体和氟,铁(Ⅲ)用盐酸羟胺还原为铁(Ⅱ),在 pH5 左右,二价铁离子与 1,10-二氮杂菲生成红色配合物,于分光光度计波长 510nm 处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.14g/mL)。
- 4.2 硝酸( $\rho$ 1.42g/mL)。
- 4.3 氨水( $\rho$ 0.90g/mL)。
- 4.4 酒石酸-硼酸溶液:称取 20g 酒石酸、6g 硼酸,置于 250mL 烧杯中,加水溶解并稀释至 100mL。混匀。
- 4.5 盐酸羟胺溶液(100g/L)。
- 4.6 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(2.5g/L)。
- 4.7 铁标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属铁,置于 150mL 烧杯中,加入 50mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 铁。
- 4.8 铁标准溶液:移取 25.00mL 铁标准贮存溶液(4.7)置于 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 25 $\mu$ g 铁。
- 4.9 刚果红试纸。

5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 测定数量

称取两份试料,独立测定,取其平均值。

### 6.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.0001g。

表 1

铁含量 %	试料 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL
>0.02~0.180	0.5000	50.0	10.00
>0.180~0.30	0.5000	50.0	5.00

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于 30mL 铂坩埚中,加几滴水润湿,加入 3mL 氢氟酸(4.1),滴加硝酸(4.2),待剧烈反应停止,低温加热至试料完全溶解,继续蒸至有沉淀析出,再滴入氢氟酸(4.1)使沉淀刚好溶解。冷却,加入 10mL 酒石酸-硼酸溶液(4.4),移入 50mL 容量瓶中,以酒石酸-硼酸溶液(4.4)稀释至刻度,混匀。按表 1 分取试液置于 50mL 容量瓶中。

6.4.2 加入 5mL 盐酸羟胺溶液(4.5),放入一小块刚果红试纸(4.9),滴加氨水(4.3)至试纸变成紫红色,再过量两滴,加入 2mL 1,10-二氮杂菲溶液(4.6),以水稀释至刻度,混匀。在 80℃ 左右的水浴中加热 5min,取出,冷却至室温。

6.4.3 将部分溶液移入 1cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 510nm 处测量其吸光度。

6.4.4 减去随同试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00mL 铁标准溶液(4.8),分别置于一组 50mL 容量瓶中,加入 5mL 酒石酸-硼酸溶液(4.4),混匀。以下按 6.4.2~6.4.3 条操作。

6.5.2 减去试剂空白的吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铁量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, mL;

$V_1$ ——分取试液体积, mL;

$m_0$ ——试料的质量, g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铁 含 量	允 许 差
>0.020~0.045	0.003
>0.045~0.100	0.005
>0.100~0.300	0.010

**附加说明:**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由宁夏有色金属冶炼厂负责起草。

本标准由宁夏有色金属冶炼厂起草。

本标准主要起草人张兰芬。

自本标准实施之日起,原中华人民共和国冶金工业部发布的部标准 YB 942(1)—78《钽、铌中铁量的测定(邻菲罗啉吸光光度法)》作废。