

表 4

%

硅 含 量	允 许 差
0.0005~0.0010	0.0005
>0.0010~0.0025	0.0009
>0.0025~0.0070	0.0015
>0.0070~0.0150	0.0025
>0.015~0.040	0.005
>0.040~0.070	0.008

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

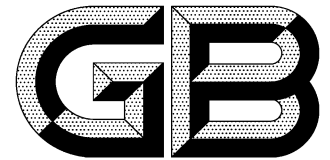
本标准由宁夏有色金属冶炼厂负责起草。

本标准由宁夏有色金属冶炼厂起草。

本标准主要起草人宋允嘉。

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(3)—78《钽铌中硅量的测定(硅钼蓝吸光光度法)》作废。

GB/T 15076.6—94



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.6—94

钽铌化学分析方法 钽中硅量的测定

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Determination of silicon content in tantalum



GB/T 15076.6-1994

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-24613

定价: 8.00 元

1994-05-09 发布

1994-12-01 实施

国家技术监督局 发布

称取两份试料,独立测定,取其平均值。

14.3 试料

按照表 3 称取试样,精确到 0.0001g。

表 3

硅含量, %	试料, g	吸收皿, cm	工作曲线编号
0.0005~0.0020	0.5000	4	I
>0.0020~0.0100	0.5000	2	II
>0.010~0.025	0.2000	2	II
>0.025~0.070	0.1000	2	II

14.4 空白试验

随同试料做空白试验。

14.5 测定

14.5.1 将试料(14.3)置于 60mL 干燥的塑料瓶中,加入 1mL 硝酸钠溶液(12.5),2mL 硝酸(12.2),滴加总量为 2mL 的氢氟酸(12.3)溶解试料。将塑料瓶置于沸水浴上加热 2min,取下,冷却。

14.5.2 将试液吸入塑料萃取瓶(13.2)中,再吸入 15mLMIBK(12.4),振荡 2min,静置分层,将水相放入原塑料瓶中,弃去有机相。再分别以 15,10,10,5mLMIBK(12.4)重复萃取 4 次,最后一次萃取将水相放入 120mL 塑料瓶中,加入 45mL 水。

14.5.3 加 4g 硼酸于塑料瓶中,置于沸水浴中加热溶解 10min,混匀,继续加热 5min,取出,立即加入 12mL 钼酸铵溶液(12.6),混匀,放置 10min。依次加入 5mL 硫酸(12.7)、10mL 草酸溶液(12.8)、2mL 还原剂溶液(12.9),混匀,冷却,移入 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,放置 15min。

14.5.4 按表 3 将部分溶液移入相应的吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 800nm 处测量其吸光度。

14.5.5 减去随同试料空白溶液的吸光度,按表 3 从相应的工作曲线上查出硅量。

14.6 工作曲线的绘制

14.6.1 工作曲线 I

14.6.1.1 移取 0,0.10,0.30,0.50,0.70,1.00mL 硅标准溶液(12.11)于一组 120mL 塑料瓶中。

14.6.1.2 加入 2mL 硝酸(12.2)、2mL 氢氟酸(12.3),补水至 50mL,以下按 6.5.3~6.5.4 条操作。

14.6.1.3 减去试剂空白的吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

14.6.2 工作曲线 II

移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00,7.00mL 硅标准溶液(12.11)于一组 120mL 塑料瓶中。以下按 14.6.1.2~14.6.1.3 条操作。

15 分析结果的计算及表述

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的硅量, μg 。

m_0 ——试料的质量, g。

16 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

中华人民共和国
国家标准
钽铌化学分析方法
钽中硅量的测定

GB/T 15076.6—94

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 11 千字

1994 年 11 月第一版 2005 年 8 月第二次印刷

*

书号: 155066·1-24613 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

10 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

11 方法原理

试料用氢氟酸、硝酸溶解。在含硝酸和氢氟酸的试液 $[c(\text{HNO}_3)=5\text{mol/L}, c(\text{HF})=9\text{mol/L}]$ 中,用4-甲基-戊酮-〔2〕萃取分离主体。以硼酸掩蔽氟离子,在 $\text{pH}1\sim 2$ 硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸,在硫酸溶液 $[c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.6\text{mol/L}]$ 中,以1-氨基-2-萘酚-4-磺酸还原为硅钼蓝,于分光光度计波长800nm处测量其吸光度。

12 试剂

配制试剂及试验均采用经二次交换、亚沸蒸馏的纯水。

- 12.1 硼酸,特纯。
 12.2 硝酸($\rho 1.42\text{g/mL}$),特纯。
 12.3 氢氟酸($\rho 1.14\text{g/mL}$),特纯。
 12.4 4-甲基-戊酮-〔2〕(简称MIBK):在500mL塑料分液漏斗中,加入20mL水、40mL硝酸(12.2)、40mL氢氟酸(12.3),混匀。加入200mLMIBK,振荡2min,静置分层。弃去水相,将有机相贮于塑料瓶中。用时处理。
 12.5 硝酸钠溶液(50g/L),优级纯。
 12.6 钼酸铵溶液:称取10g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,特纯于200mL烧杯中,加100mL水,加热溶解,加入0.5mL氨水($\rho 0.90\text{g/mL}$,特纯),混匀。贮于塑料瓶中。
 12.7 硫酸(1+1)。
 12.8 草酸溶液(50g/L)。
 12.9 还原剂溶液:称取0.3g1-氨基-2-萘酚-4-磺酸于400mL烧杯中,加20mL无水亚硫酸钠溶液(70g/L,用时现配)溶解,加入180mL无水亚硫酸氢钠溶液(100g/L,用时现配),混匀。此溶液有效期一周。
 12.10 硅标准贮存溶液:称取0.2140g预先在1000℃灼烧1h并置于干燥器中冷却至室温的高纯二氧化硅于30mL铂坩埚中,加2g无水碳酸钠(特纯),在喷灯上熔融至透明,继续熔融2min,冷却。将铂坩埚置于250mL塑料烧杯中,加入100mL沸水浸取,搅拌至熔块完全溶解,用热水洗出坩埚,冷却,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中。此溶液1mL含100 μg 硅。
 12.11 硅标准溶液:移取10.00mL硅标准贮存溶液(12.10)于100mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中。此溶液1mL含10 μg 硅。

13 仪器与装置

- 13.1 分光光度计。
 13.2 塑料萃取瓶:在60mL塑料瓶口上焊接一个长度为100~150mm的塑料毛细管。

14 分析步骤

14.1 安全措施

处理有机相及萃取时,应戴医用手套,以防氢氟酸烧伤。

14.2 测定数量

中华人民共和国国家标准

钽 铌 化学分析方法
钽 中 硅 量 的 测 定

GB/T 15076.6—94

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
 Determination of silicon content in tantalum

第一篇 方法1 阴离子交换分离硅钼蓝分光光度法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钽中硅含量的测定方法。

本标准适用于钽中硅含量的测定,也适用于其氢氧化物中硅含量的测定。测定范围:0.0005%~0.07%。

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,将含硝酸和氢氟酸的试液 $[c(\text{HNO}_3)=0.35\text{mol/L}, c(\text{HF})=1.1\text{mol/L}]$ 经阴离子交换分离主体。以硼酸掩蔽氟离子,在 $\text{pH}1\sim 2$ 硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸,在硫酸溶液 $[c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.6\text{mol/L}]$ 中以1-氨基-2-萘酚-4-磺酸还原为硅钼蓝,于分光光度计波长800nm处测量其吸光度。

4 试剂

配制试剂及试验均采用经二次离子交换、亚沸蒸馏的纯水。

- 4.1 硼酸,特纯。
 4.2 硝酸钠溶液(50g/L),优级纯。
 4.3 硝酸(1+1),特纯。
 4.4 氢氟酸(1+1),特纯。
 4.5 硝酸(1+25),特纯。
 4.6 钼酸铵溶液:称取10g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,特纯于200mL烧杯中,加100mL水,加热溶解,加入0.5mL氨水($\rho 0.90\text{g/mL}$,特纯)混匀。贮于塑料瓶中。
 4.7 硫酸(1+1)。
 4.8 草酸溶液(50g/L)。
 4.9 还原剂溶液:称取0.3g1-氨基-2-萘酚-4-磺酸于400mL烧杯中,加20mL无水亚硫酸钠溶液(70g/L,用时现配)溶解,加入180mL无水亚硫酸氢钠溶液(100g/L,用时现配),混匀。此溶液有效期一周。

国家技术监督局1994-05-09批准

1994-12-01实施