

钢铁及合金化学分析方法
离子交换分离-连苯
三酚光度法测定钽量

UDC 669.14/.15
:543.42
:546.883
GB 223.41—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The anion-exchange separation - pyrogallol photometric
method for the determination of tantalum content

本标准适用于钢铁、合金钢、高温合金及精密合金中钽量的测定。测定范围：0.50~2.00%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

在酸性溶液中钽与连苯三酚生成黄色络合物，铁、钛、铌、钼、钨等有干扰，用离子交换分离法将它们与钽分离。

在50ml体积中含钽50~800μg时，浓度与吸光度成比例关系。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾(固体)，粉碎成3~4mm小块。
- 2.2 盐酸(比重1.19)。
- 2.3 盐酸(1+11)。
- 2.4 硝酸(比重1.42)。
- 2.5 氢氟酸(比重1.15)。
- 2.6 磷酸(1+3)。
- 2.7 硼酸溶液(5%)。
- 2.8 连苯三酚溶液(30%)：30g连苯三酚溶于水，并以水稀释至100ml，混匀。
- 2.9 铜铁试剂溶液(6%)：过滤后使用。用时配制，用前冷却至约10℃。
- 2.10 铜铁试剂洗涤液：500ml水中含10ml盐酸(2.2)及10ml铜铁试剂溶液(2.9)。
- 2.11 草酸铵溶液(4%)。
- 2.12 锆溶液：称取1.06g氯化锆($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$)溶于水，并以水稀释至300ml，混匀。
- 2.13 洗涤液：于600ml水中加200ml盐酸(2.2)、200ml氢氟酸(2.5)，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.14 铌淋洗液：于542ml水中加8ml氢氟酸(2.5)、450ml盐酸(2.2)，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.15 氟化铵溶液(3.7%)。
- 2.16 钽淋洗液：107g氯化铵、37g氟化铵，以水溶解并稀释至1L，混匀。贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.17 钽标准溶液
 - 2.17.1 称取0.2442g预先干燥至恒量的高纯五氧化二钽，置于瓷坩埚中，加7g焦硫酸钾(2.1)熔融，冷却后，以250ml草酸铵溶液(2.11)溶解熔块，冷却，移入500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，

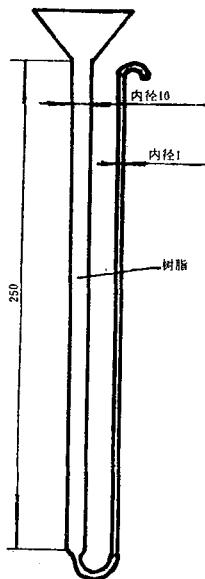
混匀。此溶液 1 ml 含 0.40mg 钼。

2.17.2 移取 50.00ml 钼标准溶液(2.17.1)，置于 200ml 容量瓶中，以草酸铵溶液(2.11)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 0.10mg 钼。

2.18 离子交换树脂：100 筛目的交链度为 8% 的 251 型强碱性阴离子交换树脂用氢氧化钠溶液(20%)浸泡 24h，倾出碱液，用水洗至近中性，加入盐酸(1+2)浸泡以除去铁，更换盐酸(1+2)浸泡至无铁离子，以水洗至中性。

3 仪器

离子交换柱(见图)：用聚乙烯管制成。管长约 250mm，管的直径 10mm，其一端是细管，内径约 1mm。将洗净后的塑料棉(或细丝)塞至粗管的底部，以防止树脂流出及调节流速。管内充满水，将洗净的树脂(2.18)搅匀并注入管内，装入树脂高度为 200mm，上面再覆盖些塑料棉(或细丝)，控制流速约为 1~1.5ml/min。将细管末端提至高于树脂面 10~15mm，以保证柱内的溶液在树脂面以上。分次加入 60ml 洗涤液(2.13)，使通过树脂后，备用。



离子交换柱

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 0.1000~0.3000g (含钼 0.5~1.0% 称 0.3000g; 1~1.5% 称 0.2000g; 1.5~2.0% 称 0.1000g)