

钢铁及合金化学分析方法
离子交换分离—溴邻
苯三酚红光度法测定钽量

UDC 669.14/.15
:543.42:546
.883
GB 223.42—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The anion-exchange separation - bromopyrogallol red
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：0.010~0.50%。
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

在酸性溶液中有表面活性剂溴化十六烷基三甲胺存在下，钽与溴邻苯三酚红形成蓝紫色络合物，铁、钛、钼、铝、锆、铋等有干扰，用离子交换分离法将它们与钽分离。铋用EDTA掩蔽。
在50ml体积中含钽2~40μg时，浓度与吸光度成比例关系。

2 试剂

- 2.1 盐酸（比重1.19）。
- 2.2 盐酸（1+9）。
- 2.3 盐酸（1+11）。
- 2.4 硝酸（比重1.42）。
- 2.5 硫酸（比重1.84）。
- 2.6 高氯酸（比重1.67）。
- 2.7 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.8 氢氧化钠溶液（20%）。
- 2.9 酒石酸溶液（20%）。
- 2.10 草酸溶液（10%）。
- 2.11 硼酸溶液（4%）。
- 2.12 对硝基酚溶液（0.1%）。
- 2.13 溴代十六烷基三甲胺溶液（0.2%）。
- 2.14 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH4）；75g乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水，加120ml冰乙酸，用水稀释至1L，在酸度计上用乙酸和乙酸钠调节至pH4。
- 2.15 溴邻苯三酚红溶液（0.05%）乙醇（1+1）溶液。
- 2.16 丙酮
- 2.17 洗涤液：于600ml水中加入200ml盐酸（2.1）、200ml氢氟酸（2.7），混匀。贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.18 铋淋洗液：于542ml水中加入8ml氢氟酸（2.7）、450ml盐酸（2.1），混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

2.19 钼淋洗液:107g氯化铵、37g氟化铵,以水溶解并稀释至1 L,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

2.20 氟化铵溶液(3.7%)。

2.21 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(5%)。

2.22 钼标准溶液

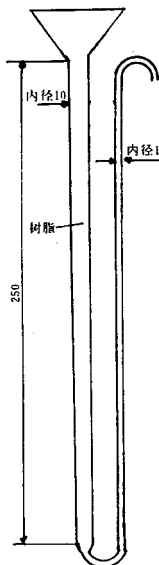
2.22.1 称取0.1221g预先干燥至恒量的高纯五氧化二钼,置于聚四氟乙烯烧杯中,加入30ml氢氟酸(2.7)、10ml盐酸(2.1),加盖,加热溶解并蒸发至约15ml,加入100ml钼淋洗液(2.19),冷却,移入500ml容量瓶中,以钼淋洗液(2.19)稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 ml含0.20mg钼。

2.22.2 移取25.00ml钼标准溶液(2.22.1),置于500ml容量瓶中,以钼淋洗液(2.19)稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 ml含0.01mg钼。

2.23 强碱性阴离子交换树脂:100筛目的交联度为8%的251型强碱性阴离子交换树脂用氢氧化钠溶液(2.8)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)浸泡至无铁离子后,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1 mm。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(2.23)搅匀并注入管内,装入树脂高度为120~150mm,上面再覆盖些塑料棉(或细丝)以防止树脂流出。以增减塑料棉(或细丝)的用量及填充密度调节流速约为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(2.17),使通过树脂后,备用。



离子交换柱