

中华人民共和国国家标准

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、铌等有干扰，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 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。

2.20 氟化铵溶液(3.7%)。

2.21 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(5%)。

2.22 钽标准溶液

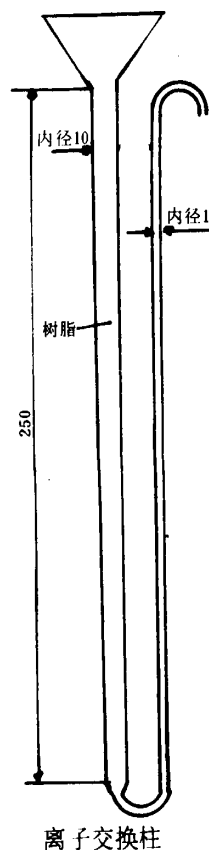
2.22.1 称取0.1221g预先干燥至恒量的高纯五氧化二钽,置于聚四氟乙烯烧杯中,加入30ml氢氟酸(2.7)、10ml盐酸(2.1),加盖,加热溶解并蒸发至约15ml,加入100ml钽淋洗液(2.19),冷却,移入500ml容量瓶中,以钽淋洗液(2.19)稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1ml含0.20mg钽。

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

2.23 强碱性阴离子交换树脂: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(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(2.23)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。



4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.1000~0.2000g(含钽0.2%以下称0.2000g,0.2%以上称0.1000g)试样。

4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于50ml聚四氟乙烯烧杯中,加入5ml盐酸(2.1)、1ml硝酸(2.4),盖上表皿,加热溶解,以水洗净表皿后取下,加入2ml氢氟酸(2.7),继续加热至试样全部溶解并蒸发至溶液体积少于0.5ml(但不蒸干),加入10ml洗涤液(2.17)溶解盐类,冷却。

4.2.2 分2次将溶液移入准备好的交换柱中,每次用5ml洗涤液(2.17)洗涤烧杯4或5次,待溶液不再流出时,再加入5ml洗涤液(2.17)洗涤离子交换柱,继续用洗涤液(2.17)洗涤至其总用量为110~120ml。每次用5ml盐酸(2.3)洗涤交换柱2次,流出的洗涤液弃去。用90ml钽淋洗液(2.18)每次用5ml洗脱钽(此溶液可供测钽用)。用10ml氟化铵溶液(2.20)每次用5ml洗涤离子交换柱,流出液弃去。

4.2.3 分次(每次5ml)加入45ml钽淋洗液(2.19)洗脱钽并收集于另一个干净的聚四氟乙烯烧杯中,此为待测液,保留。再用60ml(每次用5ml)洗涤液(2.17)洗涤交换柱,备下次使用。弃去流出液。

4.2.4 另取45ml钽淋洗液(2.19)做试剂空白液。

4.2.5 将待测液及试剂空白液分别移入50ml容量瓶中(含钽量在0.4%以上,移入100ml容量瓶中),用钽淋洗液(2.19)稀释至刻度,混匀。迅速移入聚四氟乙烯烧杯中。

4.2.6 各移取5.00ml溶液,分别置于50ml容量瓶中,加3ml草酸溶液(2.10)、5ml硼酸溶液(2.11)、5ml酒石酸溶液(2.9),混匀,滴加2滴对硝基酚溶液(2.12),于室温20~25℃以氢氧化钠溶液(2.8)中和至试液呈黄色,以水冷却,再以盐酸(2.2)中和至无色,加8ml乙酸-乙酸钠缓冲溶液(2.14)[试样中含钽时加5mlEDTA(2.21)]、2ml溴代十六烷基三甲胺溶液(2.13)、5ml溴邻苯三酚红溶液(2.15)及5ml丙酮(2.16),冷却,以水稀释至刻度,混匀。在35~37℃水浴中放置20min,冷却至室温。

4.2.7 将部分溶液移入1cm或2cm比色皿中(含钽0.05%以下移入2cm比色皿中),以试剂空白为参比,于分光光度计波长620nm处测量其吸光度。

4.2.8 从工作曲线上查出相应的钽量。

4.3 工作曲线的绘制

移取0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00ml钽标准溶液(2.22.2),分别置于7个50ml容量瓶中,用钽淋洗液(2.19)补足至5.0ml,以下按4.2.6款中加入3ml草酸溶液(2.10)开始至4.2.7款进行。以钽量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算钽的百分含量:

$$T a (\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: V_1 —— 分取试液体积, ml;

V —— 试液总体积, ml;

m_1 —— 从工作曲线上查得的钽量, g;

m —— 试样量, g。

6 允许差

GB 223.42-85

实验室之间分析结果的差值, 应不大于下表所列允许差。用标准试样校验时, 所得分析结果与标准试样的标准值之差应不大于下表所列允许差的二分之一。

%

钽 量	允 许 差
0.010 ~ 0.030	0.004
> 0.030 ~ 0.050	0.008
> 0.05 ~ 0.10	0.01
> 0.10 ~ 0.20	0.03
> 0.20 ~ 0.50	0.06

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人曹宏耀。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部标准 YB 35 (14) -78 《钢铁中钽量的测定》作废。