

UDC 669.293/.294 : 543.06
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.13—94

钽铌化学分析方法 钽中氮量的测定

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

1994-05-09 发布

1994-12-01 实施

国家技术监督局发布

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

钽铌化学分析方法

钽中氮量的测定

GB/T 15076.13—94

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

<http://www.spc.net.cn>

电话：63787337、63787447

1994 年 11 月第一版 2006 年 3 月电子版制作

*

书号：155066 • 1-24620

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

中华人民共和国国家标准

钽铌化学分析方法

钽中氮量的测定

GB/T 15076.13—94

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

第一篇 方法 1 蒸馏分离——奈斯勒试剂分光光度法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钽中氮含量的测定方法。

本标准适用于钽中氮含量的测定。测定范围:0.002%~0.02%。

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

试料经酸溶解,氮生成铵盐,加强碱溶液蒸馏,馏出液吸收于硫酸溶液中,用奈斯勒试剂显色后,于分光光度计波长420nm处测其吸光度。

4 试剂

本标准所用水均为无氨水。

4.1 硫酸($\rho 1.84\text{g/mL}$),优级纯。

4.2 氢氟酸-盐酸混合酸:3单位体积的氢氟酸(优级纯)与1单位体积的盐酸(优级纯)混合。

4.3 硼酸溶液(200g/L),使用前加热溶解。

4.4 氢氧化钠溶液(500g/L):称取500g氢氧化钠(优级纯),溶于1000mL水中,加入0.5g锌粉,煮沸10min,除去残留锌,冷却后贮于塑料瓶中。

4.5 硫酸吸收液

4.5.1 硫酸贮存溶液:量取2.8mL硫酸(4.1)于1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液约0.05mol/L。

4.5.2 硫酸吸收液:移取100mL硫酸贮存液(4.5.1)于1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液约0.005mol/L。

4.6 奈斯勒试剂:称取14.5g氢氧化钠(优级纯)溶于75mL水中。5g碘化汞和4g碘化钾溶于25mL水中。将两种溶液混合,以水稀释至100mL,混匀,静置后取清液贮于棕色瓶中。

4.7 氮标准溶液

国家技术监督局1994-05-09批准

1994-12-01实施