



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

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 硅 量 的 测 定

GB/T 15076.6—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: 155066·1-24613

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 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/