



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.7—94

钽 铌 化 学 分 析 方 法 铌 中 磷 量 的 测 定

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

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 铌 中 磷 量 的 测 定

GB/T 15076.7—94

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铌中磷含量的测定方法。

本标准适用于铌中磷含量的测定,测定范围:0.001%~0.05%。

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

试料用硝酸和氢氟酸溶解,铌与硝酸钾形成氟铌酸钾。磷在含硝酸和氢氟酸介质[$c(\text{HNO}_3)=0.9\text{mol/L}$, $c(\text{HF})=0.07\text{mol/L}$]中与钼酸铵生成磷钼杂多酸,用 4-甲基-戊酮-[2]萃取,以氯化亚锡还原为磷钼蓝,于分光光度计波长 625nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸($\rho 1.42\text{g/mL}$)。

4.2 氢氟酸($\rho 1.14\text{g/mL}$)。

4.3 4-甲基-戊酮-[2](MIBK)。

4.4 硫酸(1+17)。

4.5 高锰酸钾溶液(20g/L)。

4.6 硝酸钾溶液(200g/L)。

4.7 亚硝酸钠溶液(100g/L)。

4.8 钼酸铵溶液(100g/L)。

4.9 浸取液:取 60mL 硝酸(4.1)于塑料瓶中,加 3mL 新开瓶的氢氟酸(4.2),补加水至 1000mL。该浸取液酸度为[$c(\text{HNO}_3)=0.9\text{mol/L}$, $c(\text{HF})=0.07\text{mol/L}$]。

4.10 铌溶液:称取 1.000g 金属铌粉(不含磷)于 100mL 铂皿中,加 10mL 硝酸(4.1),分次滴加总量为 5mL 氢氟酸(4.2),使铌粉完全溶解。加 10mL 硝酸钾溶液(4.6),混匀。置于沸水浴上蒸发溶液至刚无流动液相,盐类呈透明结晶状,取下铂皿,加 100mL 浸取液(4.9),用塑料棒搅拌使盐类完全溶解,移入

国家技术监督局 1994-05-09 批准

1994-12-01 实施