



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.4—2020
代替 GB/T 15076.4—1994

钽铌化学分析方法 第 4 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 4: Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometry

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钽铌化学分析方法
第 4 部分：铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法
GB/T 15076.4—2020

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2020 年 2 月第一版

*

书号：155066·1-64285

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分：

- 第 1 部分：铌中钽量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 2 部分：钽中铌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法；
- 第 3 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 5 部分：钼量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 7 部分：铌中磷量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 9 部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 10 部分：铌中铁、镍、铬、钛、钨、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 12 部分：钽中磷量的测定 乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：氮量的测定 惰气熔融热导法；
- 第 14 部分：氧量的测定 惰气熔融红外吸收法；
- 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融热导法；
- 第 16 部分：钠量和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15076 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 15076.4—1994《钽铌化学分析方法 铁量的测定》。本部分与 GB/T 15076.4—1994 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 扩大了测定范围：测定范围由“ $>0.020\% \sim 0.30\%$ ”修改为“ $>0.020\% \sim 0.50\%$ ”（见第 1 章，1994 年版的第 1 章）；
- 删除了引用标准（见 1994 年版的第 2 章）；
- 将“盐酸羟胺溶液”修改为“抗坏血酸溶液”（见 3.13, 1994 年版的 4.5）；
- 增加了“乙酸-乙酸铵缓冲溶液”（见 3.14）；
- 将试液总体积“50 mL”修改为“100 mL”（见 6.4.1, 1994 年版的 6.2）；
- 增加了样品条款（见第 5 章）；
- 增加了精密度条款（见第 8 章）；
- 增加了试验报告条款（见第 9 章）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：宁夏东方钽业股份有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、西北稀有

GB/T 15076.4—2020

金属材料研究院宁夏有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东致远新材料有限公司。

本部分主要起草人：许宁辉、黄双、张俊峰、张众、王佳丽、宣宏建、李佗、黄环、袁慧、王淑梅、许晓娜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 15076.4—1994。

钽铌化学分析方法

第4部分：铁量的测定

1,10-二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了 1,10-二氮杂菲分光光度法测定钽、铌中铁含量。

本部分适用于钽、铌及其氢氧化物、氧化物中铁含量的测定。测定范围： $>0.020\% \sim 0.50\%$ 。

2 原理

样品用氢氟酸、硝酸溶解，酒石酸-硼酸络合主体、氟及其他杂质元素，三价铁离子被抗坏血酸还原为二价铁离子，在 pH 为 5 左右的缓冲溶液中，二价铁离子与 1,10-二氮杂菲生成红色配合物，于分光光度计 510 nm 处测定其吸光度。

3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.2 盐酸($\rho=1.18$ g/mL)。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.4 乙酸($\rho=1.05$ g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 乙酸(1+1)。

3.7 酒石酸：分析纯。

3.8 硼酸。

3.9 抗坏血酸：分析纯。

3.10 乙酸铵：分析纯。

3.11 1,10-二氮杂菲：分析纯。

3.12 酒石酸-硼酸溶液：称取 10 g 酒石酸(3.7)和 6 g 硼酸(3.8)于 250 mL 烧杯中，加入 80 mL 水，加热溶解后，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.13 抗坏血酸溶液(20 g/L)：称取 2 g 抗坏血酸(3.9)于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，搅拌溶解完全后，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。现用现配。

3.14 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH=5)：称取 200 g 乙酸铵(3.10)于 500 mL 容量瓶中，加水 200 mL，加热溶解完全，冷却，加入 50 mL 乙酸(3.6)，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.15 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(4 g/L)：称取 4 g 1,10-二氮杂菲(3.11)于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 乙醇，搅拌溶解完全后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.16 金属铌($w_{Nb} \geq 99.99\%$, $w_{Fe} \leq 0.0001\%$)。

3.17 金属钽($w_{Ta} \geq 99.99\%$, $w_{Fe} \leq 0.0001\%$)。