



中华人民共和国国家标准

GB 3654.1—83

铌铁化学分析方法 纸上色层分离重量法测定铌、钽量

Methods for chemical analysis of ferroniobium
The paper chromatograph-gravimetric method for
the determination of niobium and tantalum

1983-05-02 发布

1984-03-01 实施

国家标准局 批准

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铌铁化学分析方法
纸 上 色 层 分 离 重 量 法 测 定 铌、钽 量
GB 3654.1—83

*

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>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

1983年12月第一版

*

书号:155066·1-30450

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

铌铁化学分析方法
纸上色层分离重量法测定铌、钽量

UDC 669.15'293
:543.21:546
.882/.883
GB 3654.1-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium
The paper chromatograph-gravimetric method for
the determination of niobium and tantalum

本标准适用于铌铁中铌和钽量的测定。测定范围：铌50~80%、钽0.4~1.5%。
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

铌、钽与其他杂质的分离是根据铌、钽在涂有硝酸铵的色层纸上，以甲基异丁基酮-丁酮-氢氟酸-硝酸做展开剂时，钽的 R_f 值约为0.94，铌的 R_f 值约为0.60，而其他杂质停在原处不动或移动很小以达到分离。用丹宁酸溶液喷在色层纸上显色。分别剪下铌、钽色带，灰化、灼烧、称量，即得出铌和钽量。

2 试剂与材料

2.1 氢氟酸（比重1.15）。

2.2 氢氟酸（1+1）。

2.3 硝酸（比重1.42）。

2.4 单宁酸溶液（2%）。

2.5 展开剂：甲基异丁基酮+丁酮+氢氟酸+硝酸（44+44+6+6）。

2.6 色层纸：新华3号色层纸，切成宽20cm、长26cm，其长度的三分之二浸以10%硝酸铵溶液后晾干。

3 仪器

3.1 2 ml 塑料移液管。

3.2 色层箱：直径25cm、高35cm的圆柱形塑料筒，附有盖。

3.3 喷雾器。

3.4 湿度控制器：大干燥器内放一杯温水并放一支干湿温度计。

3.5 中和器：大干燥器筛板下面盛有氢氧化铵（比重0.90）。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.1000g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白。

4.3 测定

4.3.1 将试样量置于铂坩埚中，加入2~3 ml 氢氟酸（2.1），滴加硝酸（2.3）至试样全部溶解，再置于砂浴上加热，并蒸至约为1 ml。