



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.12—2008

钽铌化学分析方法 钽中磷量的测定

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

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分：

- GB/T 15076.1 钽铌化学分析方法 铌中钽量的测定
- GB/T 15076.2 钽铌化学分析方法 钽中铌量的测定
- GB/T 15076.3 钽铌化学分析方法 铜量的测定
- GB/T 15076.4 钽铌化学分析方法 铁量的测定
- GB/T 15076.5 钽铌化学分析方法 钼量和钨量的测定
- GB/T 15076.6 钽铌化学分析方法 钽中硅量的测定
- GB/T 15076.7 钽铌化学分析方法 铌中磷量的测定
- GB/T 15076.8 钽铌化学分析方法 碳量和硫量的测定
- GB/T 15076.9 钽铌化学分析方法 钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定
- GB/T 15076.10 钽铌化学分析方法 铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定
- GB/T 15076.11 钽铌化学分析方法 铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定
- GB/T 15076.12 钽铌化学分析方法 钽中磷量的测定
- GB/T 15076.13 钽铌化学分析方法 钽中氮量的测定
- GB/T 15076.14 钽铌化学分析方法 氧量的测定
- GB/T 15076.15 钽铌化学分析方法 氢量的测定
- GB/T 15076.16 钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定

本部分为第 12 部分。

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归口。

本部分由宁夏东方钽业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由西北稀有金属材料研究院和从化钽铌冶炼厂参加起草。

本部分主要起草人：张卫杰、杨丽明、张良玉、张吉元、梁永泰。

本部分主要验证人：杨玉琼、黄双。

本部分首次发布。

钽铌化学分析方法

钽中磷量的测定

1 范围

本部分规定了钽中磷含量的测定方法。

本部分适用于钽中磷含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.020%。

2 方法原理

试样用硝酸和氢氟酸溶解,用高锰酸钾将磷氧化成正五价,在1 mol/L硝酸介质中,加入钼酸铵溶液生成磷钼黄,经乙酸乙酯萃取与主体分离,用氯化亚锡将其还原为磷钼兰,于分光光度计波长620 nm处测量吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 硝酸溶液(1+14)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL),MOS级。

3.4 盐酸(ρ 1.18 g/mL),优级纯。

3.5 乙酸乙酯。

3.6 高锰酸钾溶液(40 g/L),优级纯。

3.7 亚硝酸钠溶液(50 g/L)。

3.8 钼酸铵溶液(100 g/L),高纯。

3.9 氯化亚锡溶液(20 g/L):称取2.38 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用34 mL盐酸(3.4)加热溶解,以水稀释至100 mL,摇匀。

3.10 磷标准贮存溶液:称取0.439 4 g预先在105℃烘1 h并置于干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(基准试剂)置于200 mL烧杯中,加50 mL水溶解,移入500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含200 μg 磷。

3.11 磷标准溶液:移取10.00 mL磷标准贮存溶液(3.10)于200 mL容量瓶中,以水稀释至刻度混匀。此溶液1 mL含10 μg 磷。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取0.10 g试样,精确至0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。