



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.7—2020
代替 GB/T 15076.7—1994

钽铌化学分析方法

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

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—

Part 7: Determination of phosphorus content in niobium—

4-Formyloxy-pentyl ketone-[2] extraction separation phosphomolybdate blue spectrophotometry and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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

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、锆、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 7 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 15076.7—1994《钽铌化学分析方法 铌中磷量的测定》。本部分与 GB/T 15076.7—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，将测定范围由“0.001 0%~0.050%”修改为：方法一的测定范围为“0.001 0%~0.050%”和方法二的测定范围为“0.001 0%~0.080%”（见第 1 章，1994 年版的第 1 章）；
- 增加了仲裁分析方法（见第 1 章）；
- 删除了引用标准（见 1994 年版的第 2 章）；
- 增加了样品条款（见第 2 章）；
- 将分光光度计波长由“625 nm”修改为“725 nm”（见 3.1，1994 年版的第 3 章）；
- 增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法（见第 4 章）；
- 增加了精密度条款（见 3.6 和 4.5）；
- 增加了试验报告条款（见第 5 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、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、西北有色金属研究院、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司。

本部分主要起草人：张俊峰、许宁辉、孙洪涛、张众、刘厚勇、邓延安、杨欣、黄双、张苓、王志萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.7—1994。

钽铌化学分析方法

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

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了铌中磷含量的测定方法。

本部分适用于铌及氢氧化铌、碳化铌中磷含量的测定。方法一 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法测定范围：0.001 0%~0.050%；方法二 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定范围：0.001 0%~0.080%。当方法一与方法二的测定范围重叠时，方法一为仲裁分析方法。

2 样品

2.1 碳化铌粒度小于 150 μm ；铌粉粒度小于 180 μm 。

2.2 氢氧化铌应预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温，备用。

2.3 从铌锭顶部 10 cm 处至中部任一部位，用刨床去除表皮后刨屑取样，其中碎屑颗粒大小要均匀，并且颗粒要尽量小。

3 方法一 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法

3.1 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 725 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

3.2.1 氢氟酸($\rho=1.14\text{ g/mL}$)，优级纯。

3.2.2 盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)，优级纯。

3.2.3 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)，优级纯。

3.2.4 硝酸-氢氟酸浸取液：取 60 mL 硝酸(3.2.3)于塑料瓶中，加 6 mL 氢氟酸(3.2.1)，补加水至 1 000 mL。

3.2.5 4-甲基-戊酮-[2](MIBK)。

3.2.6 高锰酸钾。

3.2.7 硝酸钾。

3.2.8 亚硝酸钠。