

# 苯萃取—结晶紫光度法快速测定铌铁合金中钽

董丙成, 李西忠, 高文红, 张平建, 张建敏

(莱芜钢铁集团有限公司, 山东 莱芜 271104)

**摘要:** 试样以氢氟酸、硝酸溶解后, 在酒石酸—氢氟酸介质中, 钽酸与氢氟酸形成阴离子 $TaF_6^-$ , 与结晶紫生成蓝紫色的络合物, 用苯萃取出来采用光度法测定钽量, 测定结果均在国标允许误差范围内。此方法操作简便、快速, 易于掌握, 分析一个样品仅需30 min。

**关键词:** 苯萃取结晶紫光度法; 铌铁合金; 钽

中图分类号: 0657.32 文献标识码: A 文章编号: 1004-4620 (2008) 02-0056-02

## Determination of the Tantalum in Nb-Fe Alloy through Benzene Extraction - Crystal Violet Photometric Method

DONG Bing - cheng, LI Xi-zhong, GAO Wen-hong, ZHANG Ping-jian, ZHANG Jian-min

(Laiwu Iron and Steel Group Corporation, Laiwu 271104, China)

**Abstract:** The sample was dissolved by hydrofluoric acid and hydrogen nitrate, then the tantalite and hydrofluoric acid formed  $TaF_6^-$  in the media of tartaric acid—hydrofluoric acid.  $TaF_6^-$  reacted with crystal violet and formed purple complex compound. This complex compound was extracted by benzene and the content of tantalum was measured in photometric method. The results are in the range of GB. This method is easy and fast to incorporate. It only takes 30 minutes to analyze a sample.

**Key words:** benzene extraction-crystal violet photometric method; Nb-Fe alloy; tantalum

### 1 前言

钽在钢中的应用和铌相似, 很少单独加入, 总是和铌共存于钢中。钽能与钢中碳和非金属元素形成稳定的化合物, 其作用类似于铌, 能改变钢的机械性能和提高钢的质量<sup>[1-2]</sup>。目前, 含钽钢虽然不很常见, 但随着国民经济的发展, 含钽钢定会逐渐广泛应用。

目前, 铌铁中钽的测定, 常用国标GB3654.1-83纸上色层分离重量法测定, 该法分析时需要专用特殊仪器和试剂, 由于干扰元素多, 测试条件较难掌握, 需要进行一系列的处理, 因而操作繁琐且不能及时报出测定结果, 测定一个样品需要8~10 h。为了满足炼钢生产的需要, 参考有关文献<sup>[2-5]</sup>, 尝试用苯萃取结晶紫光度法测定铌铁合金中钽, 经过用铌铁合金标样反复实验证明, 只要实验条件选择好, 方法具有准确、快速、简便、化验费用低的特点, 且不需要特殊专用仪器和试剂, 本法完全可以应用于炼钢生产的例行分析和进厂铌铁合金钽质量的验收把关测定工作。试样以氢氟酸、硝酸溶解, 在酒石酸—氢氟酸介质中, 钽酸与氢氟酸形成阴离子 $TaF_6^-$ , 能与结晶紫形成三元混合配位络合物, 溶于苯中呈蓝紫色, 其吸收峰值在波长550 nm处。试样中共存的铌、铁、铝、钛、锰等元素不干扰钽的测定。借此可用光度法测定铌铁合金中的钽含量, 取得了较好的效果。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

721型分光光度计。氢氟酸：2.4%溶液，取6 mL氢氟酸 ( $\rho=1.15 \text{ g/mL}$ )，加94 mL水，混匀，倒入塑料瓶中保存备用；酒石酸溶液：9.5%及6.3%溶液，过滤后使用；硝酸： $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ；结晶紫溶液：0.02%。

### 2.2 实验方法

称取0.200 0 g试样于铂金皿（或铂金坩锅）中，加5 mL氢氟酸 ( $\rho=1.15 \text{ g/mL}$ )，滴加硝酸使试样溶解，低温加热至溶解完全后，并低温加热蒸发至近干。取下冷却加入15 mL酒石酸溶液（9.5%），残渣盐类溶解后，移入100 mL容量瓶中，以酒石酸溶液（6.3%）洗净铂金皿，并以酒石酸溶液（6.3%）稀释至刻度，摇匀，倒入干燥的塑料杯中。

试剂空白参比液：移取5 mL与试样同步操作的试剂空白溶液于60 mL分液漏斗中，加8 mL酒石酸溶液（6.3%），以下操作同显色溶液，有机相层放入1~2 cm比色皿中。

显色溶液：移取5 mL试样溶液于60 mL分液漏斗中，补加8 mL酒石酸溶液（6.3%），加入5 mL氢氟酸（2.4%），2 mL结晶紫溶液，每加一种试剂应充分摇匀。准确加入18 mL苯，摇动萃取2 min，静置分层后，弃去水相层。将有机相苯层放入干燥的有塞小瓶中，加无水硫酸钠0.5~1 g，摇匀吸去水分，移入1~2 cm比色皿中，以试剂空白参比液为参比，721型分光光度计，在波长550 nm处测定苯层溶液的吸光度。为防止苯挥发，比色皿必须用玻璃片盖严。

目前还没有GBW（E）钽标准溶液，市售铌铁合金标样只有YSBC25961-93，通过多次实验用一个铌铁合金标样按试验方法配制成含钽标准溶液。移取不同毫升数的钽标准溶液，按同样实验方法操作显色测定吸光度值，绘制工作曲线。求得的钽结果与GB3654.1-83国标法测定的钽结果均在国标允许误差范围内，故本法实验确定用一个铌铁合金标样绘制工作曲线。

### 2.3 工作曲线的绘制

铌铁合金中含钽标准溶液配制法：称取YSBC25691-93铌铁合金标样（含Ta 0.50%）0.200 0 g于铂金坩锅中，与实验方法同样操作，加氢氟酸、硝酸溶解试样，并加热蒸发至近干，加15 mL酒石酸溶液（9.5%）使残渣盐类溶解后，移入100 mL容量瓶中，以酒石酸溶液（6.3%）洗涤净铂金坩锅及盖并稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含钽0.10%。

移取铌铁合金含Ta标准溶液0、1、2、3、5、7、8、9 mL，分别补加酒石酸溶液（6.3%）至总容积13 mL。准确加入5 mL氢氟酸（2.4%）、2 mL结晶紫溶液，以下按显色溶液操作显色，测定吸光度值并绘制工作曲线。

### 2.4 实验结果与讨论

用铌铁标样测定钽，结果见表1。

表1 标准样品测定钽结果对照 %

标样号	标准值	本法测定值 (n=8)	平均值	标准偏差	相对标准偏差
YSBC25691-93	0.50	0.47, 0.45, 0.45, 0.44, 0.47, 0.48, 0.46, 0.45	0.46	0.0155	3.3678

用国标GB3654.1-83法和本法分别对YSBC25691-93铌铁合金标样中的钽进行测定, 分析钽结果均在国标允许误差范围内。分析1个样品仅需30 min, 分析效率高。

1) 最好用铂金皿溶解试样, 也可用150 mL聚四氟乙烯烧杯代替铂金皿(坩锅), 但要增大氢氟酸、硝酸的量, 改加氢氟酸8 mL、硝酸5 mL。

2) 钽与化学分析方法有关的基本化学特性为: ①钽在钢中形成的化合物如 $\text{Fe}_2\text{Ta}$ 等, 能被各种无机酸分解而生成钽酸沉淀析出; ②钽与铌的化学性质非常类似, 在酸性溶液中极易水解生成钽酸沉淀析出, 若加入酒石酸, 则能形成稳定的络合物存在于溶液中; ③在测定钽的很多方法中, 大多是先将钽与钢铁合金中大部分元素用无机酸溶解法分离或用有机试剂萃取出钽酸后, 再进行重量法( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ )或苯萃取后光度法( $\text{TaF}_6^-$ )测定。

3) 硝酸的加入量不能过多, 有氧化剂存在时, 测定钽结果不稳定, 一般加数滴, 试样溶解完全即可。

4) 试样溶液蒸发至近干即可, 不必过分加热, 以免有氧化物生成, 酒石酸溶液溢出, 致使溶液混浊。

5) Ta(V)即使在很高的酸度条件下也能发生水解聚合现象, 处在不利于与各种显色剂反应的状态。加入酒石酸溶液等辅助络合剂可使Ta(V)处于络合状态, 避免了水解聚合现象的发生。当加入氢氟酸之后, Ta(V)与氟离子形成稳定的阴离子, 主要是 $\text{TaF}_7^{2-}$ , 也有 $\text{TaF}_6^-$ 。当加入结晶紫显色剂后, 即生成离子缔合型的络合物。

6) 萃取所得有机相色层因含少量水分可呈混浊现象, 当加入少量无水硫酸钠吸水后便无此现象。但无水硫酸钠加入后, 如果放置太久便能吸附显色络合物而使吸光度降低。因此在操作时可先将有机相色层分出并盛放于烘干的有塞小瓶中, 放在光度计旁, 然后逐只加入无水硫酸钠并进行吸光度测定, 不能大批加好后再进行光度分析。

### 3 结 语

对比国标GB3654.1-83分析法, 本法比国标法操作简便、快速、准确, 分析结果均在国标允许误差范围内, 且操作条件易于掌握, 提高了工作效率, 适宜于工业的快速分析。

参考文献:

- [1] 国家机械工业委员会. 工业分析[M]. 北京: 机械工业出版社, 1988: 180.
- [2] 成文, 方平. 合金钢化学分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1973: 188-194.
- [3] 冶金工业部标准研究院. 钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编(上)[M]. 北京: 中国标准出版社, 1999: 45.
- [4] 材料研究所. 材料化学分析方法[M]. 北京: 中国工业出版社, 1965: 172-173.
- [5] 徐盘明, 赵祥大. 实用金属材料分析方法[M]. 合肥: 中国科学技术出版社, 1990: 595.

