



中华人民共和国国家标准

GB 223.40—85

钢铁及合金化学分析方法 离子交换分离-氯磺 酚 S 光度法测定铌量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy—
The anion-exchange separation-sulphochlorophenol S photometric
method for the determination of niobium content

1985-07-18 发布

1986-06-01 实施

国家标准局 批准

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法
离子交换分离-氯磺
酚 S 光度法测定铌量

UDC 669.14/.15
: 543.42:546
.882
GB 223.40—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy—
The anion-exchange separation-sulphochlorophenol S photometric
method for the determination of niobium content

本标准适用于合金钢、高温合金、精密合金中铌量的测定。测定范围：0.010~1.50%。
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

在盐酸介质中铌与氯磺酚 S 作用生成蓝色络合物，钼、锆、钽等有干扰，用离子交换分离法将它们与铌分离。

试样溶液中存在 200mg 铁，50mg 镍，10mg 钨、铬、钒，9mg 钴，5mg 铝、钽，2mg 钛，0.3mg 钕、锆，经分离后对测定无影响。

在显色溶液中存在 200 μ g 硒，190 μ g 锡，100 μ g 碲，10 μ g 稀土对测定无影响。

2 试剂

- 2.1 硫酸（比重 1.84）。
- 2.2 硝酸（比重 1.42）。
- 2.3 高氯酸（比重 1.67）。
- 2.4 盐酸（比重 1.19）。
- 2.5 盐酸（1 + 1）。
- 2.6 盐酸（1 + 2）。
- 2.7 盐酸（1 + 11）。
- 2.8 丙酮。
- 2.9 氢氟酸（比重 1.15）。

2.10 洗涤液：于 600ml 水中加入 200ml 盐酸（2.4）、200ml 氢氟酸（2.9），混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

2.11 铌淋洗液：于 542ml 水中加入 8ml 氢氟酸（2.9）、450ml 盐酸（2.4），混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

- 2.12 钽淋洗液：107g 氯化铵、37g 氟化铵，以水溶解并稀释至 1L，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.13 氟化铵溶液（3.7%）。
- 2.14 氯磺酚 S 溶液（0.05%），过滤后使用。
- 2.15 铌标准溶液

2.15.1 称取 0.1431g 预先干燥至恒量的高纯五氧化二铌，置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 20ml 氢氟酸（2.9）、10ml 盐酸（2.4），加热溶解并蒸发至约 10ml，加入 100ml 洗涤液（2.10），冷却，以洗涤液（2.10）