



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.39—94

钢铁及合金化学分析方法 氯磺酚 S 光度法测定铌量

Methods for chemical analysis iron, steel and alloy
The sulphochlorophenol S photometric method
for the determination of niobium content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 氯磺酚 S 光度法测定铌量

GB/T 223.39—94

代替 GB 223.39—85

Methods for chemical analysis iron, steel and alloy
The sulphochlorophenol S photometric method
for the determination of niobium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用氯磺酚 S 光度法测定铌量。

本标准适用于碳钢、低合金钢中铌量的测定。测定范围:0.010%~0.50%。

2 方法提要

试样经酸溶解后,经酒石酸煮沸络合钨、钼、钽、铌等。在盐酸介质中加入氯磺酚 S 与铌形成蓝色配合物,以氢氟酸褪色后的溶液作参比,于波长 660 nm 处测量吸光度。

显色液中有 25 μg 以上的钼量时有干扰。

3 试剂

3.1 乙醇。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氢氟酸(1+3)。

3.5 硫酸-磷酸混合酸:将 160 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)小心地倒入 760 mL 水中,稍冷。加入 80 mL 磷酸(ρ 1.70 g/mL),混匀。

3.6 酒石酸溶液(30%)。

3.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(1%)。

3.8 氯磺酚 S 溶液(0.05%)。

3.9 铌标准溶液:称取 0.1431 g 预先于 950°C 高温炉中灼烧 30 min 以上并在干燥器中冷却至室温的五氧化二铌(99.5%以上),置于 50 mL 瓷坩埚中,加 5~7 g 焦硫酸钾,放入高温炉中,在 650°C 熔融至透明,冷却。置于 300 mL 烧杯中,用 70 mL 酒石酸溶液(3.6)浸取熔块,煮沸至熔块全部溶解。稍冷。加 100 mL 硫酸(1+1),冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100.0 μg 铌。

4 分析步骤

4.1 称样量

当含铌量小于 0.1% 时,称取 0.5000 g;大于等于 0.1% 时,称取 0.2000 g 试样。

4.2 测定