

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-重量法测定铌量

UDC 669.14/.15  
:543.21  
:546.882  
GB 223.38—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The anion-exchange separation-gravimetric 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：1.00%以上。  
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

含铌氢氟酸-盐酸试样溶液通过强碱性阴离子交换树脂，使铌与铁、镍、钴、铜、钒、钨、钼、钽、钛、锆等分离。在铌洗脱液中加硼酸掩蔽氟后，在酸性介质中以铜铁试剂定量的沉淀铌，经灼烧成五氧化二铌，称量。

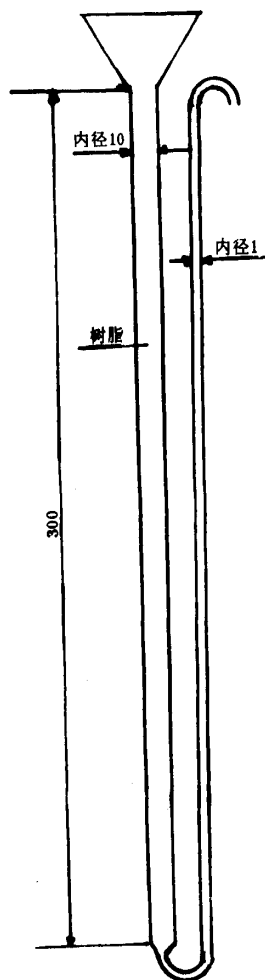
### 2 试剂

- 2.1 硼酸（固体）。
- 2.2 盐酸（比重1.19）。
- 2.3 盐酸（1 + 2）。
- 2.4 盐酸（1 + 11）。
- 2.5 硝酸（比重1.42）。
- 2.6 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.7 铜铁试剂溶液（6%）过滤后使用。用时配制。
- 2.8 铜铁试剂洗涤液：500ml水中含10ml盐酸（2.2）及10ml铜铁试剂溶液（2.7）。
- 2.9 氟化铵溶液（3.7%）。
- 2.10 洗涤溶液：于600ml水中加200ml盐酸（2.2）、200ml氢氟酸（2.6），混匀。贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.11 铌淋洗液：于542ml水中加8ml氢氟酸（2.6）、450ml盐酸（2.2），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，稀释至1L，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.13 强碱性阴离子交换树脂：将100目筛的交链度为8%的251型强碱性阴离子交换树脂用氢氧化钠溶液（20%）浸泡24h，倾出碱液，用水洗至近中性，加入盐酸（2.3）浸泡以除去铁，更换盐酸（2.3）浸泡至无铁离子后，以水洗至中性。

### 3 仪器

离子交换柱（见图）：用聚乙烯管制成。管长约300mm，管的直径10mm，其一端是细管，内径约1mm。将洗净后的塑料棉（或细丝）塞至粗管的底部，以防止树脂流出及调节流速。管内充满水，将洗净的树脂（2.13）搅匀并注入管内，装入树脂高度约为250mm，上面再覆盖些塑料棉（或细丝），以增减塑料棉（或细丝）的用量及填充密度调节流速约为1~1.5ml/min。将细管末端提至高于树脂

面10~15mm,以保证柱内的溶液在树脂面以上。分次加入60ml洗涤液(2.10),使通过树脂,备用。



离子交换柱

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试样量

称取1.0000g试样。含铍5%以上减少称样,控制试液中含铍量不超过50mg。

##### 4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于100ml聚四氟乙烯烧杯中,加25ml盐酸(2.2),盖上表皿,加热溶解,滴加6~8ml硝酸(2.5)助溶(试样不溶时可以适当补加盐酸及硝酸至全部溶解)及氧化,以水洗净表皿,取下,加入4ml氢氟酸(2.6),继续加热溶解并蒸发至干以驱除硝酸,用5ml盐酸(2.2)及2ml氢氟酸(2.6)溶解盐类,再加热蒸发至约0.5ml左右(不蒸干,若不慎蒸干,则以盐酸、氢氟酸溶解后,再蒸发至约0.5ml左右),加入25ml洗涤液(2.10)溶解盐类,冷却。

4.2.2 分4或5次将溶液移入准备好的交换柱中,每次用5ml洗涤液(2.10)洗涤烧杯4或5次,每次洗液均移入交换柱,继续每次用5ml洗涤液(2.10)洗涤离子交换柱,待第一次加入的洗涤液

流至不再流出时,再加第二次洗涤液(2.10)洗涤至其总用量为110~120ml。再用5ml盐酸(2.4)洗涤交换柱2次,流出的洗液弃去。

4.2.3 用100ml铌淋洗液(2.11)每次用5ml洗脱铌并收集于塑料杯中,此为待测液,保留。

4.2.4 用10ml氟化铵溶液(2.9)分2次洗涤离子交换柱。用45ml钽淋洗液(2.12),每次用5ml洗脱钽(若试样中含钽,此溶液可供测钽用)。再用60ml洗涤液(2.10)每次用5ml洗涤交换柱,备下次使用。弃去流出液。

4.2.5 另取100ml铌淋洗液(2.11)做试剂空白液。

4.2.6 于保留的待测溶液及试剂空白液中各加4g硼酸(2.1),加热使溶解,将溶液分别移入500ml烧杯中,以水稀释至250ml,用冰水冷却至10℃以下,加少许无灰纸浆,滴加35ml铜铁试剂溶液(2.7),放置40min(经常搅拌溶液),以慢速定量滤纸过滤,沉淀全部移入滤纸上,用铜铁试剂洗涤液(2.8)洗涤10~12次,以水洗2次。

4.2.7 将沉淀连同滤纸移入已恒量的瓷坩埚中,干燥、炭化,于1000℃灼烧,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量,并重复灼烧至恒量。

## 5 分析结果的计算

按下式计算铌的百分含量:

$$Nb(\%) = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \times 0.6990 \times 100$$

式中:  $m_1$ ——测得五氧化二铌质量, g;

$m_2$ ——测得试剂空白质量, g;

$m$ ——试样量, g;

0.6990——五氧化二铌换算为铌的换算因数。

## 6 允许差

实验室之间分析结果的差值,应不大于下表所列允许差。用标准试样校验时,所得分析结果与标准试样的标准值之差应不大于下表所列允许差的二分之一。

%

铌 量	允 许 差
>1.00~2.00	0.09
>2.00~3.00	0.10
>3.00~5.00	0.12

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人曹宏耀。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 35 (13)—78《钢铁中铌量的测定》及 YB 790—75《高温合金化学分析方法》中铌的测定作废。