



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

- 4.2.1 将试样(4.1)置于150 mL锥形瓶中,加入25 mL硫酸-磷酸混合酸(3.5),加热使试样溶解,小心滴加硝酸(3.2)至激烈反应停止,继续加热至冒烟约30 s。取下,稍冷。
- 4.2.2 沿瓶壁加入20 mL酒石酸溶液(3.6),加热煮沸至盐类全部溶解。取下,冷却。移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。
- 4.2.3 移取5.00 mL试液(4.2.2),置于50 mL容量瓶中,加入5 mL EDTA溶液(3.7)、20 mL盐酸(3.3)、5 mL乙醇(3.1)、3.0 mL氯磺酚S溶液,用水稀释至刻度。混匀。在高于20°C室温时放置40 min(若室温低于20°C时,可置于40°C水浴中保温10 min)。将部分溶液移入2~3 cm吸收皿中。
- 4.2.4 在剩余的显色液中(4.2.3)(剩余溶液体积应控制一致,约30 mL),用塑料管滴加0.5 mL(约10滴)氢氟酸(3.4),充分混匀,至蓝色配合物褪色后,移入另一2~3 cm吸收皿,此为参比液。
- 4.2.5 以参比液为参比,于分光光度计波长660 nm处测量吸光度。从工作曲线上查出相应的铈量。
- 4.3 工作曲线的绘制
- 4.3.1 称取与试样量(4.1)相同不含铈、铅的纯铁数份,分别置于150 mL锥形瓶中,以下按4.2.1进行。
- 4.3.2 含铈量小于0.1%时,分别加入铈标准溶液(3.9)0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL;含铈量大于或等于0.1%时,分别加入铈标准溶液(3.9)2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL。以下按4.2.2至4.2.5进行。以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铈的百分含量:

$$\text{Nb}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: V_1 ——分取试液的体积, mL;

V ——试液的总体积, mL;

m_1 ——从工作曲线上查得的铈量, g;

m ——试样量, g。

6 精密度

本标准的精密度是在1992年选择7个水平,由8个实验室共同试验结果确定的,精密度见下表。

水平范围, % (m/m)	重 复 性 r	再 现 性 R
0.010~0.46	$\lg r = -1.6316 + 0.6276 \lg m$	$R = 0.002196 + 0.06853 m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度实验原始数据
(补充件)

水 平 实 验 室	Nb-1	Nb-2	Nb-3	Nb-4	Nb-5	Nb-6	Nb-7
1	0.0117	0.0246	0.0540	0.114	0.176	0.265	0.467
	0.0118	0.0254	0.0548	0.114	0.169	0.268	0.473
	0.0119	0.0260	0.0554	0.108	0.165	0.264	0.471
2	0.0118	0.0241	0.0527	0.112	0.180	0.268	0.464
	0.0112	0.0239	0.0528	0.112	0.179	0.265	0.466
	0.0125	0.0247	0.0531	0.110	0.179	0.266	0.465
3	0.0135	0.0230	0.0544	0.110	0.175	0.250	0.454
	0.0180	0.0280	0.0550	0.117	0.180	0.257	0.460
	0.0184	0.0290	0.0556	0.125	0.185	0.265	0.465
4	0.0134	0.0264	0.0556	0.110	0.175	0.255	0.455
	0.0128	0.0252	0.0530	0.111	0.178	0.255	0.457
	0.0116	0.0248	0.0510	0.112	0.172	0.252	0.462
5	0.0144	0.0268	0.0528	0.110	0.164	0.250	0.445
	0.0140	0.0260	0.0528	0.106	0.160	0.254	0.444
	0.0140	0.0256	0.0520	0.110	0.170	0.254	0.445
6	0.0125	0.0250	0.0552	0.108	0.174	0.258	0.458
	0.0122	0.0257	0.0545	0.108	0.175	0.259	0.459
	0.0120	0.0257	0.0545	0.105	0.175	0.260	0.462
7	0.0148	0.0249	0.0557	0.113	0.164	0.248	0.458
	0.0154	0.0237	0.0560	0.107	0.165	0.240	0.455
	0.0154	0.0254	0.0568	0.108	0.171	0.253	0.459
8	0.0110	0.0244	0.0544	0.109	0.176	0.254	0.463
	0.0120	0.0247	0.0512	0.100	0.176	0.266	0.460
	0.0125	0.0250	0.0526	0.104	0.174	0.262	0.460

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、成都无缝钢管厂负责起草。

本标准主要起草人戴任致。

本标准水平等级标记 GB/T 223.39—94 I