



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.40—2007
代替 GB/T 223.39—1994 和 GB/T 223.40—1985

钢铁及合金 铌含量的测定 氯磺酚 S 分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of niobium content
by the sulphochlorophenol S spectrophotometric method

MACYLAB 专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2007-03-09 发布

2007-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 223 的本部分是对 GB/T 223.39—1994《钢铁及合金化学分析方法 氯磺酚 S 光度法测定铌量》和 GB/T 223.40—1985《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》的整合修订。

本部分自实施之日起,代替 GB/T 223.39—1994《钢铁及合金化学分析方法 氯磺酚 S 光度法测定铌量》和 GB/T 223.40—1985《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》。

本部分此次修订,名称改为《钢铁及合金 铌含量的测定 氯磺酚 S 分光光度法》。由于 GB/T 223.40—1985《钢铁及合金化学分析 离子交换分离-氯磺酚 S 光度法测定铌含量》很少使用,经分委员会讨论决定,将其取消,仅对 GB/T 223.39—1994《钢铁及合金化学分析 氯磺酚 S 光度法测定铌含量》进行了修订。修订中,增加了“2 规范性引用文件”、“5 仪器”、“6 取制样”、“10 试验报告”等章节及内容,并对下列条文进行了修改:

- 原 1,现为 1(修改本章名称);
- 原 2,现为 3(修改本章名称);
- 原 3,现为 4(增加了分析中对试剂和水的说明内容并修改溶液浓度的表示方法);
- 原 4,现为 7(修改称取试料量的表示并增加了“7.2 空白试验”一条);
- 原 5,现为 8(修改本章名称、结果计算式及式中量的单位);
- 原 6,现为 9(规范精密度函数式的说明)。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由国家标准化管理委员会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:中国钢研科技集团公司。

本部分参加起草单位:成都无缝钢管厂。

本部分主要起草人:唐本玲、戴任致。

本部分 1985 年首次发布,1994 年第一次修订。

钢铁及合金 铌含量的测定

氯磺酚 S 分光光度法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用氯磺酚 S 分光光度法测定铌含量。

本部分适用于碳钢、低合金钢中质量分数为 0.010%~0.50% 铌含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用标准,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些标准的最新版本。凡是不注日期的引用标准,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 原理

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 与铌形成蓝色络合物,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。

4 试剂

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 乙醇,分析纯。

4.2 硝酸,ρ 约 1.42 g/mL。

4.3 盐酸,1+1,以 ρ 约 1.19 g/mL 的盐酸稀释。

4.4 氢氟酸,1+3,以 ρ 约 1.15 g/mL 的氢氟酸稀释。

4.5 硫酸-磷酸混合酸

将 160 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL)小心地倒入 760 mL 水中,稍冷。加入 80 mL 磷酸(ρ 约 1.70 g/mL),混匀。

4.6 酒石酸溶液,300 g/L。

4.7 乙二酸四乙酸二钠(EDTA)溶液,10 g/L。

4.8 氯磺酚 S 溶液,0.5 g/L。

4.9 铌标准溶液,100.0 μg/mL

称取 0.1431 g 预先于 950℃ 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(质量分数为 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℃ 熔融至透明,冷却。置于 300 mL 烧杯中,用 70 mL 酒石酸溶液(4.6)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。

5 仪器

分光光度计。

6 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

根据铌含量按表 1 称取试样量,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

铌含量(质量分数)/%	试料量/g
0.010~0.10	0.500
≥ 0.10 ~0.50	0.200

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 25 mL 硫酸-磷酸混合酸(4.5),盖上表面皿,加热使试料溶解,小心滴加硝酸(4.2)至激烈反应停止,继续加热至冒烟约 30 s。取下,稍冷。

7.3.2 沿杯壁加入 20 mL 酒石酸溶液(4.6),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。

7.3.3 移取 5.00 mL 试液(7.3.2),置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL EDTA 溶液(4.7)、20 mL 盐酸(4.3)、5 mL 乙醇(4.1)、3.0 mL 氯磺酚 S 溶液(4.8),用水稀释至刻度,混匀。在高于 20℃ 室温时放置 40 min(若室温低于 20℃ 时,可置于 40℃ 水浴中保温 10 min)。将部分溶液移入 2~3 cm 吸收皿中,此为比色液。

7.3.4 在剩余的显色液中(7.3.3)(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(4.4),充分混匀,至蓝色络合物褪色后,移入另一 2~3 cm 吸收皿,此为参比液。

7.3.5 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铌量。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 称取与试料量(7.1)相同不含铌、钼的纯铁数份,分别置于 150 mL 烧杯中,以下按 7.3.1 进行。

7.4.2 铌含量(质量分数)小于 0.1% 时,分别加入铌标准溶液(4.9)0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL;铌含量(质量分数)大于或等于 0.1% 时,分别加入铌标准溶液(4.9)0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL。以下按 7.3.2 至 7.3.5 进行。以铌的质量(μg)为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

8 结果计算

铌含量以质量分数 $w(\text{Nb})$ 计,数值以 % 表示,按下列公式计算:

$$w(\text{Nb}) = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100$$

式中:

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——从工作曲线上查得的铌量,单位为微克(μg);

m ——称取试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

本标准的精密度试验是在1992年由8个实验室,对7个水平的铌含量进行测定;每个实验室对每个水平的铌含量在GB/T 6379.1规定的重复性条件下测定3次。

各实验室报出的原始数据(测定结果)见附录A(资料性附录)。

根据GB/T 6379.2,对得到的测定结果进行统计分析,精密度见表2。

表2 精密度结果

铌的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
0.010~0.46	$\lg r = -1.6316 + 0.6276 \lg m$	$R = 0.002196 + 0.06853m$
式中: m 是两个测定值的平均值,单位为%。		

重复性限(r)、再现性限(R)按表2给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过5%为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 识别被测样品所需的全部资料;
- 使用的标准;
- 试验结果,包括各单次试验结果和它们的平均值;
- 在试验中观察到的异常现象;
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
共同精密度试验附加资料

A.1 氯磺酚 S 光度法测定铌含量精密度试验原始数据见表 A.1。

表 A.1

实验室	铌含量(质量分数)/%						
	Nb-1	Nb-2	Nb-3	Nb-4	Nb-5	Nb-6	Nb-7
1	0.011 7	0.024 6	0.054 0	0.114	0.176	0.265	0.467
	0.011 8	0.025 4	0.054 8	0.114	0.169	0.268	0.473
	0.011 9	0.026 0	0.055 4	0.108	0.165	0.264	0.471
2	0.011 8	0.024 1	0.052 7	0.112	0.180	0.268	0.464
	0.011 2	0.023 9	0.052 8	0.112	0.179	0.265	0.466
	0.012 5	0.024 7	0.053 1	0.110	0.179	0.266	0.465
3	0.013 5	0.023 0	0.054 4	0.110	0.175	0.250	0.454
	0.018 0	0.028 0	0.055 0	0.117	0.180	0.257	0.460
	0.018 4	0.029 0	0.055 6	0.125	0.185	0.265	0.465
4	0.013 4	0.026 4	0.055 6	0.110	0.175	0.255	0.455
	0.012 8	0.025 2	0.053 0	0.111	0.178	0.255	0.457
	0.011 6	0.024 8	0.051 0	0.112	0.172	0.252	0.462
5	0.014 4	0.026 8	0.052 8	0.110	0.164	0.250	0.445
	0.014 0	0.026 0	0.052 8	0.106	0.160	0.254	0.444
	0.014 0	0.025 6	0.052 0	0.110	0.170	0.254	0.445
6	0.012 5	0.025 0	0.055 2	0.108	0.174	0.258	0.458
	0.012 2	0.025 7	0.054 5	0.108	0.175	0.259	0.459
	0.012 0	0.025 7	0.054 5	0.105	0.175	0.260	0.462
7	0.014 8	0.024 9	0.055 7	0.113	0.164	0.248	0.458
	0.015 4	0.023 7	0.056 0	0.107	0.165	0.240	0.455
	0.015 4	0.025 4	0.056 8	0.108	0.171	0.253	0.459
8	0.011 0	0.024 4	0.054 4	0.109	0.176	0.254	0.463
	0.012 0	0.024 7	0.051 2	0.100	0.176	0.266	0.460
	0.012 5	0.025 0	0.052 6	0.104	0.174	0.262	0.460



GB/T 223.40—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29702

定价: 10.00 元