



中华人民共和国国家标准

GB 223.38—85

钢铁及合金化学分析方法 离子交换分离-重量法测定铌量

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

1985-07-18 发布

1986-06-01 实施

国家标准局 批准

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