



# 中华人民共和国国家标准

GB 6730.47—86

---

## 铁矿石化学分析方法 氯代磺酚 S 光度法测定铌量

Methods for chemical analysis of iron ores—  
The sulfochlorophenol S photometric method  
for the determination of niobium content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

---

国家标准局 发布

铁矿石化学分析方法  
氯代磺酚S光度法测定铌量

Methods for chemical analysis of iron ores —  
The sulfochlorophenol S photometric method  
for the determination of niobium content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铌量的测定。测定范围：0.007~0.350%。  
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

试样经氢氟酸分解，不溶残渣用焦硫酸钾熔融，酒石酸浸取，在0.5~2 mol/l盐酸介质中，铌与氯代磺酚S形成稳定的1:1蓝绿色络合物。在波长650nm处，测量其吸光度，借此测定铌量。用氢氟酸破坏铌-氯代磺酚S络合物的试液为参比，可提高共存元素的允许量。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾。
- 2.2 氯化铵。
- 2.3 盐酸 ( $\rho$  1.19g/ml)。
- 2.4 硝酸 ( $\rho$  1.42g/ml)。
- 2.5 氢氟酸 ( $\rho$  1.15g/ml)。
- 2.6 氢氟酸 (5 + 95)。
- 2.7 氢氧化铵 ( $\rho$  0.90g/ml)。
- 2.8 丙酮。

- 2.9 酒石酸 (6%)。
- 2.10 硫代乙醇酸 (1 + 9)。

- 2.11 三氯化铝 (2%)。

- 2.12 三氯化铁 (5%)：100ml内含5滴盐酸 (2.3)。

- 2.13 抗坏血酸 (5%)：用时现配。

- 2.14 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液 (2%)。

2.15 稀释液：称取20g焦硫酸钾，置于500ml烧杯中，加酒石酸 (2.9) 加热溶解，冷后，加100ml盐酸 (2.3)，用酒石酸 (2.9) 稀释至1000ml，混匀。

- 2.16 氯代磺酚S溶液 (0.05%)：过滤后使用。

- 2.17 铌标准溶液

2.17.1 称取0.0501g预先在800℃灼烧1h并冷至室温的五氧化二铌 (99.9%以上)，置于瓷坩埚中，加2g焦硫酸钾 (2.1)，先低温再逐步升温至700℃熔融0.5h (若发现熔干，可加数滴硫酸再熔片刻)。冷却，置于500ml烧杯中，加300ml热酒石酸 (2.9)，加热浸取，洗出坩埚，冷却后移入500ml容量瓶中，用酒石酸 (2.9) 稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含70.0 $\mu$ g铌。

2.17.2 移取10.00ml铌标准溶液 (2.17.1)，置于100ml容量瓶中，用稀释液 (2.15) 稀释至刻度，