



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.47—2017  
代替 GB/T 6730.47—1986

---

## 铁矿石 铌含量的测定 氯代磺酚 S 分光光度法

Iron ores—Determination of niobium content—  
Sulfochlorophenol S spectrophotometric method

2017-09-07 发布

2018-06-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 47 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.47—1986《铁矿石化学分析方法 氯代磺酚 S 光度法测定铌量》，本部分与 GB/T 6730.47—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为“铁矿石 铌含量的测定 氯代磺酚 S 分光光度法”；
- 增加了“警示”“规范性引用文件”“仪器”和“试验报告”章节及内容，原章节序号做了相应调整；
- 明确并规范了取样和制样的具体要求；
- 将“试样量”改为“试料量”，并明确了称量精度；
- 删除了式(1)中的系数“K”及对“K”的表述；
- 增加了“分析结果的确定”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：宁波检验检疫科学技术研究院、上海出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：陈贺海、朱志秀、邓云、李宇璐、陈自斌、应海松、廖海平、张爱珍。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.47—1986。

# 铁矿石 铌含量的测定

## 氯代磺酚 S 分光光度法

**警示——**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了氯代磺酚 S 分光光度法测定铌含量。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中铌含量的测定。测定范围(质量分数):0.007%~0.350%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管



### 3 原理

试料经氢氟酸分解,不溶残渣用焦硫酸钾熔融,酒石酸浸取,在 0.5 mol/L~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 650 nm 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。

### 4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 焦硫酸钾。

4.2 氯化铵。

4.3 盐酸, $\rho$  约 1.19 g/mL。

4.4 硝酸, $\rho$  约 1.42 g/mL。

4.5 氢氟酸, $\rho$  约 1.15 g/mL。

4.6 氢氧化铵, $\rho$  约 0.90 g/mL。

- 4.7 丙酮。
- 4.8 氢氟酸,5+95。
- 4.9 酒石酸溶液,60 g/L。
- 4.10 硫代乙醇酸,1+9。
- 4.11 三氯化铝溶液,20 g/L。
- 4.12 三氯化铁溶液,50 g/L。100 mL 内含 5 滴盐酸(见 4.3)。
- 4.13 抗坏血酸溶液,50 g/L。称取 5 g 抗坏血酸,溶于 50 mL 水与 50 mL 酒精的混合溶液中。用时现配。
- 4.14 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,20 g/L。
- 4.15 稀释液:称取 20 g 焦硫酸钾,置于 500 mL 烧杯中,加酒石酸(见 4.9)加热溶解,冷却后,加 100 mL 盐酸(见 4.3),用酒石酸(见 4.9)稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.16 氯代磺酚 S 溶液,0.5 g/L。过滤后使用。
- 4.17 铌标准储备溶液:取 0.050 1 g 预先在 800 °C 灼烧 1 h 并冷至室温的五氧化二铌(99.9%以上),置于瓷坩埚中,加 2 g 焦硫酸钾(见 4.1),先低温再逐步升温至 700 °C 熔融 0.5 h(若发现熔干,可加数滴硫酸再熔片刻)。冷却,置于 500 mL 烧杯中,加 300 mL 热酒石酸(见 4.9),加热浸取,洗出坩埚,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用酒石酸(见 4.9)稀释至刻度,混匀。1 mL 此溶液含铌 70.0 μg。也可使用市售有证铌标准溶液。
- 4.18 铌标准溶液:移取 10.00 mL 铌标准储备溶液(见 4.17),置于 100 mL 容量瓶中,用稀释液(见 4.15)稀释至刻度,混匀。1 mL 此溶液含铌 7.0 μg。

## 5 仪器

分析中除非特别说明,使用通常实验室仪器。单标线容量瓶、分度吸量管及单标线移液管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 马弗炉。
- 5.3 坩埚,25 mL。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样,一般试样粒度应小于 100 μm,如试样中化合水或易氧化物含量较高时,其粒度应小于 160 μm。

注:化合水和易氧化物含量高的规定参见 GB/T 6730.1。

### 6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样,采用份样缩分法取样。按 GB/T 6730.1 的规定,在 105 °C ± 2 °C 温度下干燥试样,于干燥器中冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

按照附录 A,对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注：“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中，此条件意味着在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定，包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

按表 1 称取预干燥试样(见 6.2),准确至 0.000 2 g。

表 1 不同含量范围所需试料量和分取比例

铈的质量分数范围/%	试料量/g	分取试液量/mL
0.007~0.035	0.50	10.00
>0.035~0.070	0.20	10.00
>0.070~0.200	0.10	10.00
>0.200~0.350	0.10	5.00

7.3 空白试验和验证试验

7.3.1 空白试验

随同试料进行空白试验，所有试剂应取自同一试剂瓶。

7.3.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.4 测定

7.4.1 试料的分解

将试料(见 7.2)置于铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚中，以水润湿，加 5 mL~10 mL 氢氟酸(见 4.5)，低温或水浴加热分解并蒸发至湿盐状，加 10 mL~15 mL 热酒石酸溶液(见 4.9)，加热 10 min~15 min，使可溶物溶解，用慢速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中，用酒石酸溶液(见 4.9)洗涤坩埚及残渣 3~4 次，滤液作为主液保留。

铜量大于 0.1%时能使氯代磺酚 S 褪色。铜量为 0.1%~1.0%时，可在分析步骤中以 1.5 mL 抗坏血酸溶液(见 4.13)代替 1.5 mL 硫代乙醇酸(见 4.10)。铜量大于 1.0%时应按以下步骤分离：将试料(见 7.2)置于烧杯中，经盐酸、硝酸分解，蒸发至湿盐状加入氯化铵(见 4.2)用氢氧化铵小体积沉淀过滤分离铜，不熔残渣按 7.4.2 处理。

7.4.2 残渣处理

将残渣连同滤纸放入瓷坩埚中，灰化，在 700 ℃灼烧片刻，取出用玻璃棒小心压碎灼烧后的残渣，加 2 g 焦硫酸钾于 700 ℃熔融 10 min~15 min，冷却，坩埚中加 15 mL 热酒石酸溶液(见 4.9)，浸取熔融物，移入 150 mL 烧杯中，用酒石酸洗出坩埚，加热使熔融物溶解。冷至室温，加 10 mL 盐酸(见 4.3)，与主液合并，再用酒石酸溶液(见 4.9)稀释至刻度，混匀。放置至澄清或干过滤。

钾、钠盐类过多时，将会降低显色剂的溶解度易析出沉淀，焦硫酸钾用量一般 2 g 已足够，应避免增加用量。

### 7.4.3 测量

7.4.3.1 按表 1 移取上述溶液 2 份,分别置于 2 个 50 mL 容量瓶中,不足 10.00 mL 时应用稀释液(见 4.15)补足至 10.00 mL。

7.4.3.2 显色溶液:其中一份加入 4 mL 三氯化铝溶液(见 4.11),用水稀释至 20 mL~25 mL,加 1.5 mL 硫代乙醇酸(见 4.10),混匀。

7.4.3.3 放置 10 min~15 min,待溶液无色后,加 2 mL EDTA 溶液(见 4.14)、10 mL 盐酸(见 4.3)、5 mL 丙酮(见 4.7)和 4.0 mL 氯代磺酚 S 溶液(见 4.16),每加入一种试剂必须混匀,用水稀释至约 45 mL,混匀。置于 50 °C~60 °C 水浴上,保温 5 min~10 min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3.4 参比溶液:于另一份中,除不加三氯化铝溶液外,其余均同显色溶液同样操作。流水冷却至室温后,加 1.5 mL 氢氟酸(见 4.8),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3.5 将部分溶液移入 3 cm 比色皿中,以参比溶液为参比,于分光光度计波长 650 nm 处,测量其吸光度,从校准曲线上查出相应的铌量。

### 7.5 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL 铌标准溶液(见 4.18),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,用稀释液补足至 10 mL,各加入 1 mL 三氯化铁溶液(4.12)、4 mL 三氯化铝溶液(见 4.11,未加铌标准溶液者不加三氯化铝溶液),用水稀释至 20 mL~25 mL,加 1.5 mL 硫代乙醇酸(见 4.10),混匀。以下按 7.4.3.3 进行。将部分溶液移入 3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 650 nm 处测量其吸光度。以铌量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

## 8 结果计算及其表示

### 8.1 铌含量计算

按式(1)计算试样中铌含量(质量分数) $w(\text{Nb})$ ,其数值以%表示:

$$w(\text{Nb}) = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得的铌量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料量,单位为克(g);

$V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

### 8.2 分析结果的一般处理

#### 8.2.1 允许差

分析结果的允许差列于表 2。

表 2 允许差

%

铌含量(质量分数)	允许差 $r$
0.007~0.035	0.003
>0.035~0.070	0.004

表 2 (续) %

铌含量(质量分数)	允许差 <i>r</i>
>0.070~0.200	0.009
>0.200~0.350	0.014

8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按式(1)计算两个独立测量结果,并与允许差 *r* 进行比较,来确定实验室最终分析结果。

8.2.3 最终结果的计算

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位,并按照 GB/T 8170 数值修约至小数点后第三位。

8.3 氧化物系数

按式(2)计算试样中五氧化二铌  $w(\text{Nb}_2\text{O}_5)$  含量,其数值以 % 表示。

$$w(\text{Nb}_2\text{O}_5) = 1.43 \times w(\text{Nb}) \dots\dots\dots (2)$$

9 试验报告

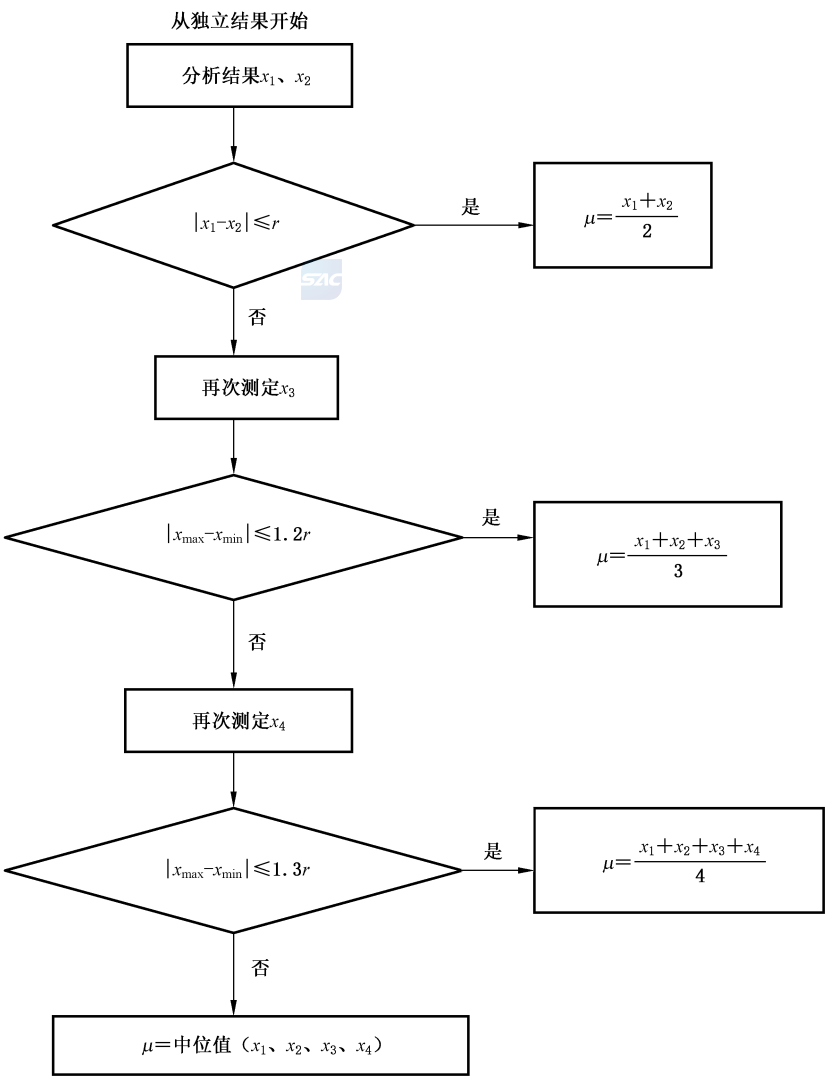
试验报告应包括下列信息:

- a) 实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分的编号;
- d) 样品识别必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。



附 录 A  
(规范性附录)  
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图 A.1。



注：r 为分析结果允许差，见表 2。

图 A.1 试样分析结果验收程序流程图