

# 中华人民共和国国家标准

## 钽 铌 化学 分析 方法 铌 中 硫 量 的 测 定

GB/T 15076.8—94

Methods for chemical analysis of  
tantalum and niobium—Determination  
of sulphur content in niobium

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了铌中硫含量的测定方法。

本标准适用于铌中硫含量的测定,也适用于其氢氧化物、氧化物中硫含量的测定,测定范围:0.005%~0.05%。

### 2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
- GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

### 3 方法原理

试料用磷酸-磷酸亚锡溶解,使硫还原为硫化氢,在氮气流中加热蒸馏,以碱溶液吸收,硫化氢与 N,N-二甲基对苯二胺生成次甲基蓝,于分光光度计波长 660nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 氮气(压缩钢瓶)。

4.2 高锰酸钾-氯化汞溶液:称取 2g 高锰酸钾、2g 氯化汞置于 200mL 烧杯中,以少量水溶解,加水至 100mL,混匀。

4.3 氢氧化钾溶液(200g/L)。

4.4 磷酸-磷酸亚锡溶液:

4.4.1 称取 27g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )置于 300mL 烧杯中,加入 200mL 磷酸( $\rho 1.70\text{g/mL}$ ),加热溶解。

4.4.2 将溶液加热至沸,待小气泡消失,继续加热至刚冒磷酸烟,取下,冷却。移取 15mL 置于干燥的蒸馏瓶(图 1)中,以下按 6.4.2~6.4.4 条操作。

4.4.3 移取部分溶液于 1cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 660nm 处测量其吸光度。测得吸光度应不大于 0.010,否则按 4.4.2 条反复处理。

4.5 氢氧化钠溶液(20g/L)。

4.6 三氯化铁溶液:称取 1g 三氯化铁于 200mL 烧杯中,加入 50mL 盐酸(1+20)溶解,补加盐酸(1+

20)至 100mL,混匀。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 N,N-二甲基对苯二胺(PADA)溶液:称取 0.75gPADA 于 250mL 烧杯中,加 208mL 盐酸( $\rho=1.19\text{g/mL}$ )溶解,移入 250mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.9 混合显色剂:三氯化铁溶液(4.6)+盐酸(4.7)+PADA 溶液(1+2+4)。

4.10 硫标准贮存溶液:称取 1.1075g 预先在 105℃烘 1h 并置于干燥器中冷却至室温的无水硫酸钠(优级纯)于 200mL 烧杯中,以 30mL 盐酸(1+19)溶解,移入 250mL 容量瓶中,以盐酸(1+19)稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1mg 硫。

4.11 硫标准溶液

4.11.1 分别移取 0,2.00,5.00,10.00,15.00,20.00mL 硫标准贮存溶液(4.10),置于一组 100mL 容量瓶中,以盐酸(1+19)稀释至刻度,混匀。每瓶硫标准溶液中 1mL 分别含 0,20,50,100,150,200 $\mu\text{g}$  硫。

4.11.2 分别移取 0,5.00,10.00,15.00,20.00,25.00mL 硫标准贮存溶液(4.10),置于一组 100mL 容量瓶中,以盐酸(1+19)稀释至刻度,混匀。每瓶硫标准溶液中 1mL 分别含 0,50,100,150,200,250 $\mu\text{g}$  硫。

## 5 仪器和设备

5.1 分光光度计。

5.2 蒸馏装置(图 1)。

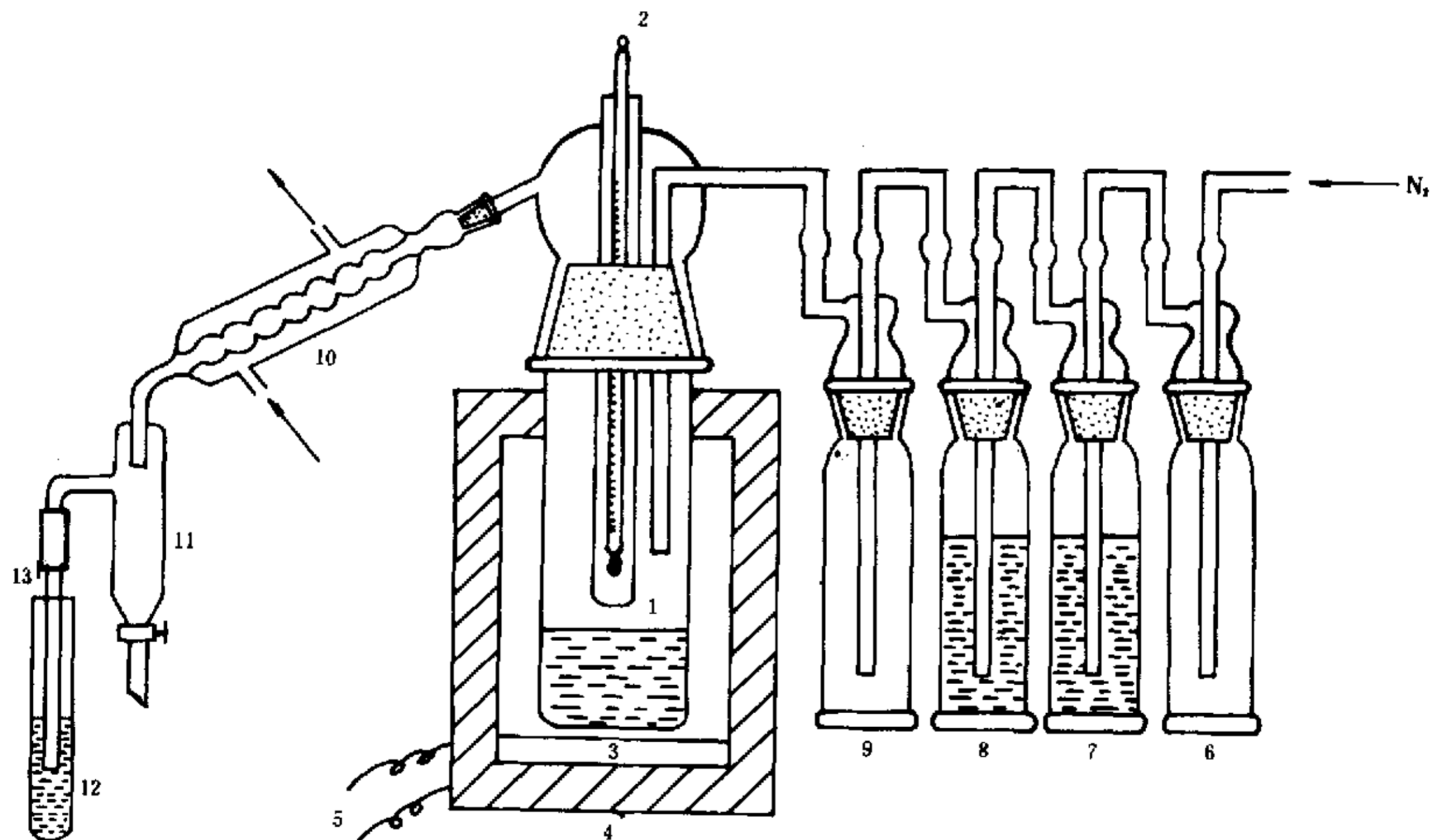


图 1 蒸馏装置示意图

1 石英蒸馏瓶( $\phi \times h, \text{cm}: 4 \times 12$ ); 2—温度计(300℃); 3—电炉(1.5kW); 4—石墨保温圈;  
5—接温度控制器电源; 6、9 缓冲瓶(250mL); 7、8—氮气净化瓶(250mL); 分别盛有 100mL  
高锰酸钾-氯化汞溶液(4.2)、100mL 氢氧化钾溶液(4.3); 10—冷凝管; 11—冷凝液接收器;  
12—吸收管(50mL 比色管); 13—聚乙烯导气管