



中华人民共和国国家标准

GB/T 16480.1~16480.5—1996

金属钇及氧化钇化学分析方法

Methods for chemical analysis of yttrium and yttrium oxide

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

目次

GB/T 16480.1—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钇、氧化铽、氧化镱和氧化镱量的测定	(1)
GB/T 16480.2—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	钽、钛、铜和镍量的测定	(6)
GB/T 16480.3—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	氟量的测定	(9)
GB/T 16480.4—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	硫量的测定	(12)
GB/T 16480.5—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	金属钇中氮量的测定	(19)

中华人民共和国国家标准

金属钇及氧化钇化学分析方法 氧化镧、 氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钕、 氧化铕、氧化钐、氧化铽、氧化镱、 氧化铟、氧化铊、氧化铪、氧化铈、 和氧化镧量的测定

GB/T 16480.1—1996

代替 XB/T 605—1995

Method for chemical analysis of yttrium and yttrium oxide
—Determination of lanthanum oxide, cerium oxide,
praseodymium oxide, neodymium oxide, samarium oxide,
europium oxide, gadolinium oxide, terbium oxide,
dysprosium oxide, holmium oxide, erbium oxide,
thulium oxide, ytterbium oxide and lutecium oxide contents

1 主题内容与适用范围

本标准规定了金属钇及氧化钇中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钕、氧化铕、氧化钐、氧化铽、氧化镱、氧化铟、氧化铊、氧化铪、氧化铈、和氧化镧量的测定。测定范围见表1。

表 1

氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %
氧化镧	0.000 1~0.100	氧化铈	0.000 5~0.100
氧化镨	0.000 5~0.100	氧化钆	0.000 3~0.100
氧化钕	0.000 3~0.100	氧化铕	0.000 1~0.100
氧化钐	0.000 3~0.100	氧化铽	0.000 3~0.100
氧化铈	0.000 3~0.100	氧化铟	0.000 3~0.100
氧化铊	0.000 1~0.100	氧化铪	0.000 1~0.100
氧化铈	0.000 1~0.100	氧化镧	0.000 1~0.100

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

3 方法原理

试料以酸溶解。在稀盐酸介质中,直接以氩等离子光源激发,进行光谱测定。

国家技术监督局1996-07-09批准

1997-01-01实施

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 过氧化氢(30%),市售。

4.5 高氯酸(1+1)。

4.6 氧化钇溶液:称取 1.000 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化钇(>99.999%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.1),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化钇。

4.7 氧化镧标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化镧(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镧。

4.8 氧化铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化铈(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 硝酸(4.3),再加入 10 mL 过氧化氢(4.4),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铈。

4.9 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化镨(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镨。

4.10 氧化钕标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化钕(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钕。

4.11 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钐。

4.12 氧化铕标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化铕(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铕。

4.13 氧化钇标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化钇(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钇。

4.14 氧化铽标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化铽(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铽。

4.15 氧化镝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化镝(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镝。

4.16 氧化钬标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化钬(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钬。

4.17 氧化铒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化铒(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铒。

4.18 氧化铕标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化铕(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铕。

4.19 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镱。

4.20 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 后的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镱。

4.21 氩气,≥99.99%。

5 仪器

5.1 计算机控制的多元素同时测定系统或顺序扫描单色仪,倒数线色散率不大于 0.25 nm/mm。

5.2 光源:氩等离子体光源,频率 27.12 或 40.68 MHz,功率 2~5 kW。

6 分析步骤

6.1 分析试液的配制

6.1.1 称取 0.787 4 g 金属钇试料,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(4.3),低温加热溶解。再加 6 mL 高氯酸(4.5),低温加热冒烟,蒸至近干。加 10 mL 盐酸(4.2),溶清,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀待测。

6.1.2 称取 1.000 g 氧化钇试料,置于 100 mL 烧杯中,用水润湿,加 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀待测。

6.2 测定

6.2.1 标准溶液的制备

将氧化钇溶液(4.6)及各氧化物标准贮存溶液(4.7~4.20)按表 2 分别移入三个 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2),以水稀释至刻度,混匀,制得三个标准溶液。

表 2

标 号	稀土氧化物含量,μg/mL						
	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃
一号标样	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
二号标样	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
三号标样	0	0	0	0	0	0	0

标 号	稀土氧化物含量,μg/mL							
	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
一号标样	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	10 000
二号标样	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10 000
三号标样	0	0	0	0	0	0	0	10 000

6.2.2 测定条件

等离子体光源:入射功率 1.0 kW,反射功率小于 0.005 kW。

氦气流量:冷却气 12 L/min,载气 0.50 L/min。

观测高度:线圈上方 12 mm。

分析线及线性范围见表 3。

表 3

分析线,nm	线性范围,%
La 408.67	0.000 1~0.100
Ce 413.76	0.000 5~0.100
Pr 440.88	0.000 5~0.100
Nd 401.23	0.000 3~0.100
Sm 428.08	0.000 3~0.100
Eu 390.71	0.000 1~0.100
Gd 310.05	0.000 3~0.100
Tb 350.91	0.000 3~0.100
Dy 353.17	0.000 3~0.100
Ho 339.89	0.000 3~0.100
Er 390.63	0.000 1~0.100
Tm 342.50	0.000 1~0.100
Yb 328.93	0.000 1~0.100
Lu 261.54	0.000 1~0.100

6.2.3 将分析试液(6.1.1)或(6.1.2)与标准溶液同时进行氦等离子测定。

7 分析结果的计算与表述

7.1 氧化物试料分析结果的计算

将标准溶液(6.2.1)的含量直接输入计算机,根据标液和试液的强度值,由计算机输出分析结果。

7.2 金属试料分析结果的计算

由分析结果(7.1)乘以表 4 中的换算系数。

表 4

元 素	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd
换算系数	0.852 7	0.814 1	0.827 7	0.857 3	0.862 4	0.863 6	0.867 6
元 素	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
换算系数	0.850 2	0.871 3	0.872 9	0.874 5	0.875 6	0.878 2	0.879 4

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许相对差。

表 5

氧化物	含量范围, %	允许差, %
La ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、 Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃	0.000 1~0.001 0	50
	>0.001 0~0.020	20
	>0.020~0.100	10
Nd ₂ O ₃ 、Sm ₂ O ₃ 、Gd ₂ O ₃ Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、Ho ₂ O ₃	0.000 3~0.002 0	50
	>0.002 0~0.020	20
	>0.020~0.100	10
CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁	0.000 5~0.002 0	50
	>0.002 0~0.020	20
	>0.020~0.100	10

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由上海跃龙有色金属有限公司和湖南稀土金属材料研究所负责起草。

本标准由上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人俞秉彦。

中华人民共和国国家标准

金属钇及氧化钇化学分析方法 钽、钛、铜和镍量的测定

GB/T 16480.2—1996

Method for chemical analysis of yttrium and yttrium oxide
—Determination of tantalum, titanium, copper and nickel content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了金属钇及氧化钇中钽、钛、铜和镍含量的测定方法。

本标准适用于金属钇及氧化钇中钽、钛、铜和镍含量的同时测定,测定范围见表1。

表 1

测定元素	测定范围, %
钽	0.01~1.0
钛	0.003~0.50
铜	0.003~0.30
镍	0.003~0.50

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

3 方法原理

采用直流电弧粉末法,以 $\lg R \sim \lg C$ 绘制工作曲线,进行光谱定量分析。

4 试剂与材料

- 4.1 氧化钇,99.99%。
- 4.2 氧化钽,99.99%。
- 4.3 氧化钛,99.99%。
- 4.4 氧化铜,99.99%。
- 4.5 氧化镍,99.99%。
- 4.6 硝酸(1+1)。
- 4.7 过氧化氢(30%)。
- 4.8 石墨粉,光谱纯。
- 4.9 石墨电极,光谱纯, $\phi 6$ mm。

国家技术监督局1996-07-09批准

1997-01-01实施

4.10 感光板,紫外Ⅱ型。

5 仪器与装置

5.1 平面光栅摄谱仪:倒数线色散率不大于 0.37 nm/mm。

5.2 光源:直流电弧,电压 220 V~380 V,电流不低于 15 A。

5.3 测微光度计:输出电压不稳定性不大于 0.2%。

5.4 电极:下电极 $\phi \times h$, mm:4×3 杯型电极,上电极平顶锥形,锥顶平面 $\phi 1$ mm。

6 试样

6.1 取 0.5 g 金属钇置于瓷坩埚中,滴加硝酸(4.6)及 1 mL 过氧化氢(4.7),低温加热直至试样溶解,低温蒸干,850℃灼烧 2 h,保存于干燥器中。

6.2 氧化钇经 850℃灼烧 2 h,保存于干燥器中。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.200 g 试样(6.1)或(6.2),精确至 0.001 g。

7.2 光谱分析试样的制备

将试料(7.1)与石墨粉(4.8)按 9:1 的比例称量混合磨匀,装入电极(5.4),以备摄谱。

7.3 测定

7.3.1 标样的制备

将氧化钇(4.1)及各非稀土氧化物(4.2~4.5)于 850℃灼烧 1 h,按表 2 计算量,配制氧化钇中含 Ti、Cu、Ni 为 1%;含 Ta 为 3%的共标样,再用氧化钇(4.1)依次稀释一号~五号标样。分别按标样与石墨粉之比为 9:1 的比例称量,磨匀,制备成一套标样。

表 2

标样号	元素含量, %			
	Ta	Ti	Cu	Ni
共标样	3	1	1	1
一号标样	1	0.3	0.3	0.3
二号标样	0.3	0.1	0.1	0.1
三号标样	0.1	0.03	0.03	0.03
四号标样	0.03	0.01	0.01	0.01
五号标样	0.01	0.003	0.003	0.003

7.3.2 测定条件

摄谱仪:中心波长 285.0 nm,三透镜照明系统,狭缝宽 12 μ m,中间光栏高 5.0 mm。

光源:电压 230 V,电流 13 A,直流电弧阳极激发。

电极距离:3 mm。

曝光时间:40 s。

暗室处理:显影液, A+B 配方,在 (20±1)℃显影 4 min。定影,水洗,干燥。

黑度测量:S 标尺,狭缝宽度 200 μ m。测量分析线及背景处黑度。分析线及分析范围见表 3。

表 3

分析元素	分析线, nm	背景测量位置	分析范围, %
Ta	271.4	长波方向	0.01~1.0
Ti	264.4	长波方向	0.003~0.5
Cu	261.8	短波方向	0.003~0.3
Ni	294.3	长波方向	0.003~0.5

7.3.3 摄谱

将光谱分析试样(7.2)与标样(7.3.1),在同一感光板上摄谱,暗室处理后测其黑度。

8 分析结果的计算与表述

8.1 氧化钽试样分析结果的计算

按 1 gR~1 gC 绘制工作曲线,从工作曲线上查得分析结果。

8.2 金属钽试样分析结果的计算

自工作曲线上查得的氧化钽中的各金属杂质含量(8.1),乘以换算系数 1.27,得到金属钽中金属杂质的含量。

9 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许相对差。

表 4

元 素	含量范围, %	允许相对差, %
Ta	0.01~0.1	20
	>0.1~1	15
Ti、Ni	0.003~0.03	20
	>0.03~0.5	15
Cu	0.003~0.03	20
	>0.03~0.3	15

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院和包头稀土研究院共同起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人李莉。

中华人民共和国国家标准

GB/T 16480.3—1996

金属钇及氧化钇化学分析方法 氟量的测定

Method for chemical analysis of yttrium and yttrium oxide
—Determination of fluorine content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了金属钇及氧化钇中氟含量的测定方法。

本标准适用于金属钇及氧化钇中氟含量的测定,测定范围:0.01%~0.10%。

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

3 方法原理

试样加高氯酸,保持 130℃~140℃通入水蒸气进行蒸馏,使氟与其他共存元素分离,馏出液调整酸度后,加入总离子强度缓冲溶液,以氟离子选择性电极与饱和甘汞电极间的电位值确定氟量。

4 试剂

4.1 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),优级纯。

4.2 氢氧化钠溶液(5 g/100 mL)。

4.3 氢氧化钠溶液(1 g/100 mL)。

4.4 盐酸(1+10)。

4.5 总离子强度调节缓冲溶液:称取 15 g 乙酸钠,60 g 柠檬酸钠,17 g 氯化钠,8 g 乙二胺四乙酸二钠盐,溶于水,加 3.0 mL 冰乙酸,加水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.6 氟标准溶液:

4.6.1 称取在 110℃~120℃干燥至恒量的 2.210 1 g 氟化钠(优级纯),用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氟。

4.6.2 移取 5.00 mL 溶液(4.6.1)至 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氟。

4.7 溴甲酚绿溶液(0.5 g/100 mL)。

5 仪器与装置

5.1 酸度计。

5.2 磁力加热搅拌器。

5.3 氟离子选择性电极:氟离子检测限应不大于 2.5×10^{-5} mg/mL。

5.4 饱和甘汞电极。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

5.5 搅拌子。

5.6 蒸馏装置(如图 1 所示)。

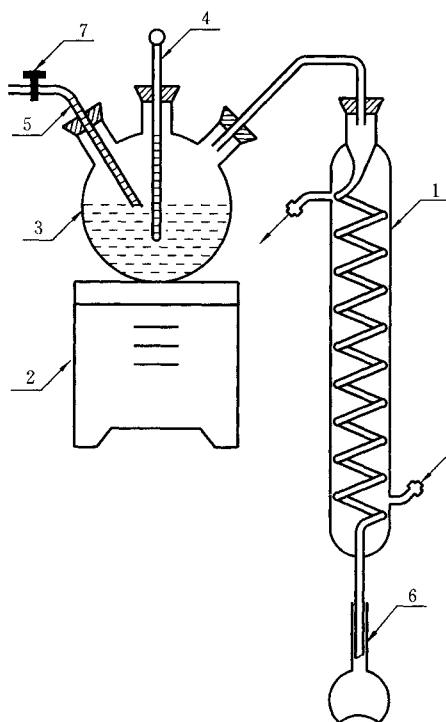


图 1 蒸馏装置示意图

1—40 cm 蛇形冷凝管；2—调温电炉；3—500 mL 三口烧瓶；
4—200℃温度计；5—通水蒸气玻璃管；6—200 mL 容量瓶；7—水蒸气开关

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.000 0 g 试样。

6.2 测定

6.2.1 将试料(6.1)置于 500 mL 三口烧瓶中,加入 30 mL 高氯酸(4.1),按图接好蒸馏装置。

6.2.2 通入冷却水,以盛有 1 mL 氢氧化钠溶液(4.2)的 200 mL 容量瓶盛接馏出液,加热,待温度升至 120℃~130℃时通入水蒸气,控制蒸馏瓶中液相温度为 130℃~140℃,蒸馏速度为 3~5 mL/min,待馏出液体积接近容量瓶刻度,停止蒸馏,取下容量瓶,以水稀释至刻度,混匀。

6.2.3 移取 20.00 mL 馏出液(6.2.2)于 50 mL 容量瓶中,加 1 滴溴甲酚绿溶液(4.7),用盐酸(4.4)调至溶液显黄色,再用氢氧化钠溶液(4.3)调至溶液显蓝色,加 20 mL 总离子强度调节缓冲溶液(4.5),以水稀释至刻度,混匀。

6.2.4 将溶液(6.2.3)转入 100 mL 烧杯中,加搅拌子放在磁力加热搅拌器上,开动搅拌,插入氟离子选择电极与甘汞电极,测定溶液平衡电位值,由标准曲线上查出对应的氟含量。

6.3 标准曲线的绘制:

6.3.1 移取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 mL 氟标准溶液(4.6.2)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加 1 滴溴甲酚绿溶液(4.7),以下按 6.2.3 和 6.2.4 条进行,记录不同氟标准所对应的平衡电位值。

6.3.2 在对数坐标纸上,以氟离子浓度为横坐标,以相对应的平衡电位值为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算氟的百分含量:

$$F(\%) = \frac{m_0 \times V_0 \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100$$

式中: m ——试料的质量, g;

m_0 ——自标准曲线上查得的氟量, μg 。

V_0 ——馏出液总体积, mL。

V_1 ——馏出液分取体积, mL。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表		%
含 量	允许差	
0.01~0.10	0.002	

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由上海跃龙有色金属有限公司和湖南稀土金属材料研究所负责起草。

本标准由甘肃稀土公司起草。

本标准主要起草人安小宁。

中华人民共和国国家标准

GB/T 16480.4—1996

金属钇及氧化钇化学分析方法 硫量的测定

Method for chemical analysis of yttrium and yttrium oxide
—Determination of sulphur content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了金属钇中硫含量的测定方法。

本标准适用于金属钇中硫含量的测定,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

试样用王水溶解,加溴水使硫氧化成硫酸。低温蒸干,以氢碘酸-次磷酸钠为还原剂,在氮气流下加热蒸馏,硫酸被还原成硫化氢,用乙酸锌溶液吸收,然后加入对氨基二甲基苯胺二盐酸盐溶液和三氯化铁溶液使之生成次甲基蓝,在分光光度计波长 670 nm 处,测定其吸光度。

4 试剂

4.1 氮气(>99.5%)。

4.2 饱和溴水。

4.3 甲酸(ρ 1.22 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1),优级纯。

4.5 王水,用时配制。

4.6 焦性没食子酸溶液(0.79 mol/L)。

4.7 氢氧化钾溶液(3.6 mol/L)。

4.8 高锰酸钾-氯化汞溶液:分别称取 5 g 氯化汞,2 g 高锰酸钾,用水溶解,各稀至 50 mL,使用时二溶液合并,混匀。(如发现褪色或出现沉淀,应及时更换)。

4.9 还原剂:将 120 mL 氢碘酸(45%)和 30 mL 冰醋酸(ρ 1.05 g/mL)及 15 g 次磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)一并置于蒸馏瓶中,按图 1 接好蒸馏装置,通氮气,加热至沸,保持微沸状态 3 h,冷却(不停氮气)后,储于棕色试剂瓶中备用。

4.10 吸收液:称取 20 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,加入 12 g 乙酸钠 $[\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$,溶解后用水稀释至 1 L,并加 4 滴冰醋酸(ρ 1.05 g/mL),混匀。

4.11 对氨基二甲基苯胺二盐酸盐(PADA)溶液(0.2%):称取 1 g PADA,用 H_2SO_4 (2+5)溶解并稀释至 500 mL,混匀。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

4.12 三氯化铁溶液(0.19 mol/L):称取 2.5 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),加 1 mL 盐酸(ρ 1.18 g/mL),用水溶解并稀释至 50 mL,混匀。

4.13 硫化氢洗涤液:称取 1.5 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)及 1 g 焦性没食子酸溶解于 10 mL 水中,通氮气待用(用时配制)。

4.14 硫标准贮存溶液:称取预先在 105℃ 烘干 2 h 的 0.543 5 g 硫酸钾(优级纯),用水溶解并转入 1 000 mL 容量瓶中。稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硫。

4.15 硫标准溶液:移取 20.00 mL 硫标准贮存溶液(4.14)于 250 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 8 μg 硫。

5 仪器

5.1 分光光度计。

5.2 还原蒸馏装置见图 1。

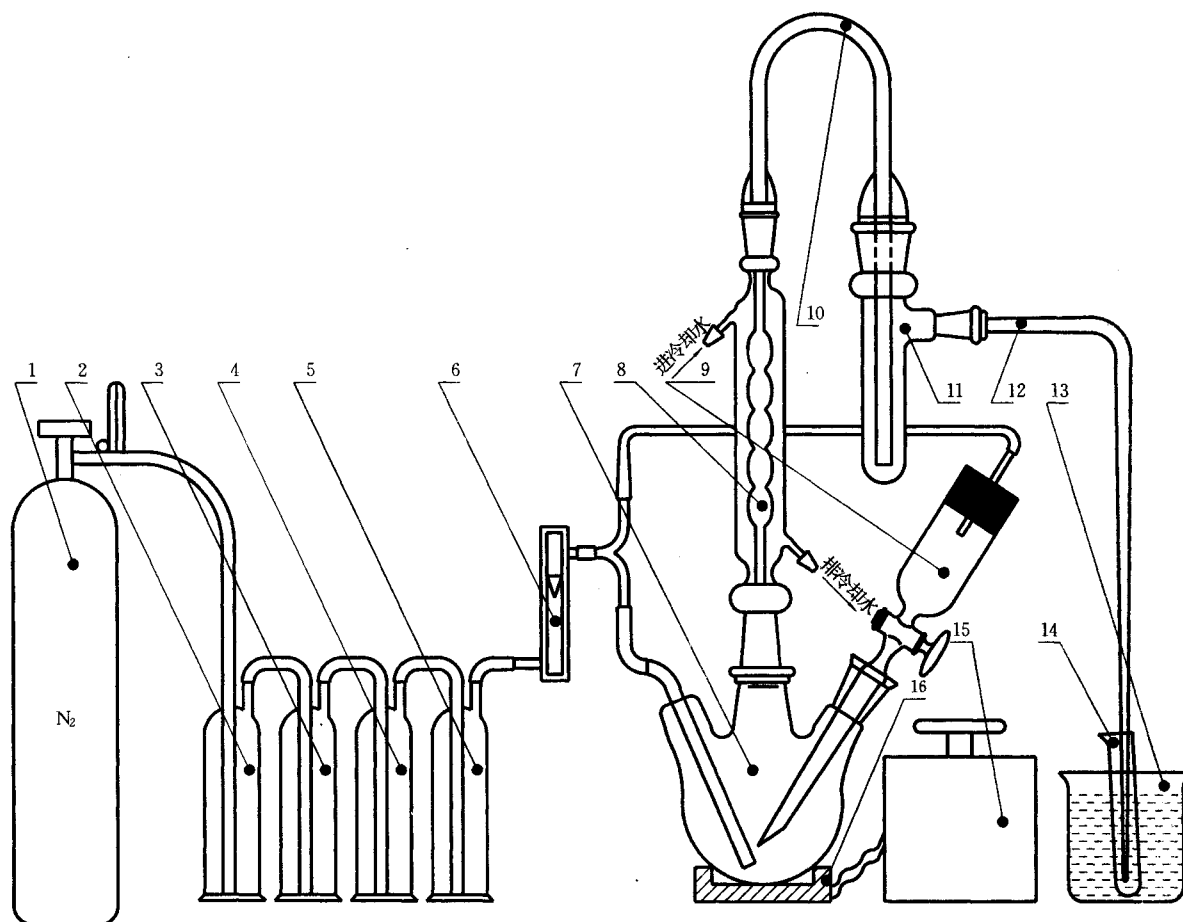
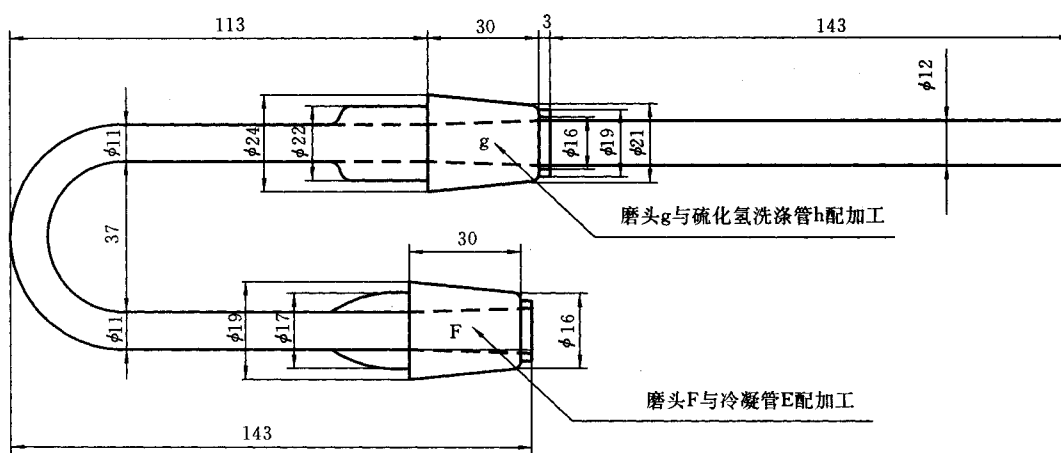
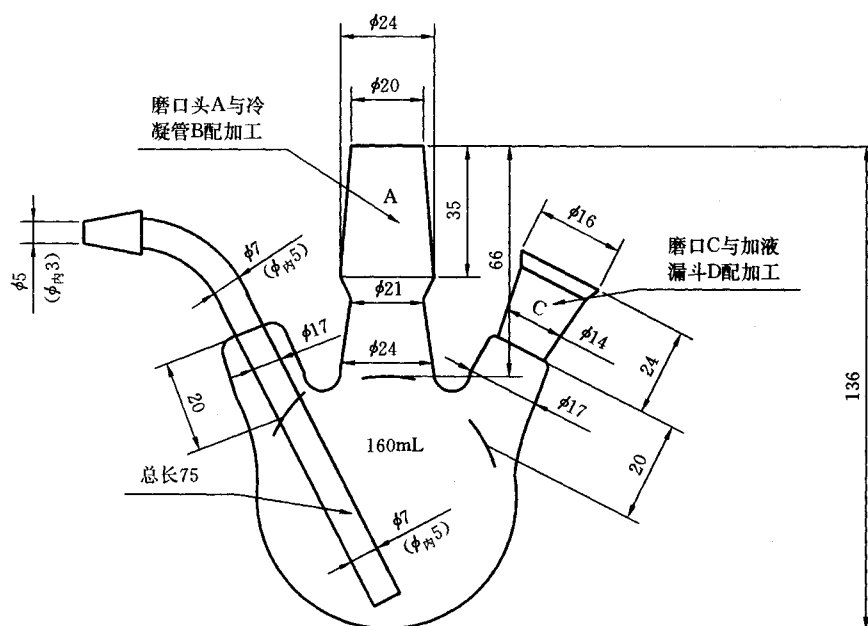


图 1 还原蒸馏器装置图(其主要六个单件图两张在次页)

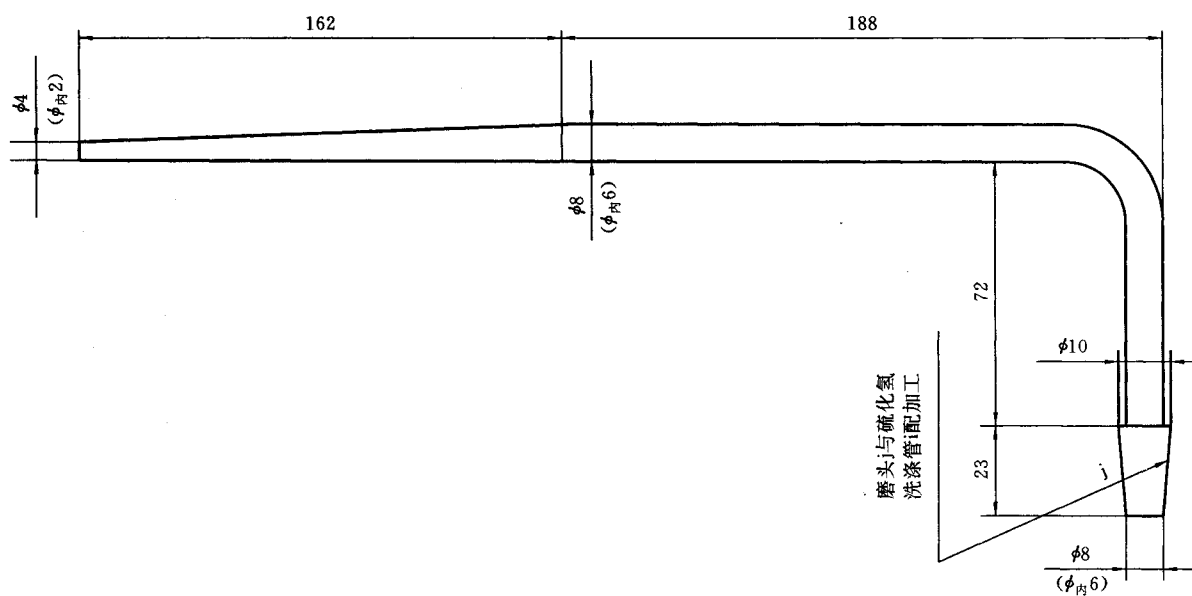
- 1—氮气瓶; 2—焦性没食子酸溶液洗瓶; 3—高锰酸钾—氯化汞洗瓶; 4—氢氧化钾洗瓶; 5—空瓶;
6—玻璃转子气体流量计; 7—160 mL 石英蒸馏瓶; 8—玻璃冷凝管; 9—25 mL 石英加液漏斗; 10—
玻璃弯管; 11—玻璃硫化氢洗涤管(内盛 10 mL 洗气溶液); 12—玻璃导气管; 13—玻璃冷却水杯;
14—50 mL 比色管(内盛 35 mL 吸收液); 15—调压器; 16—300W 加热电炉



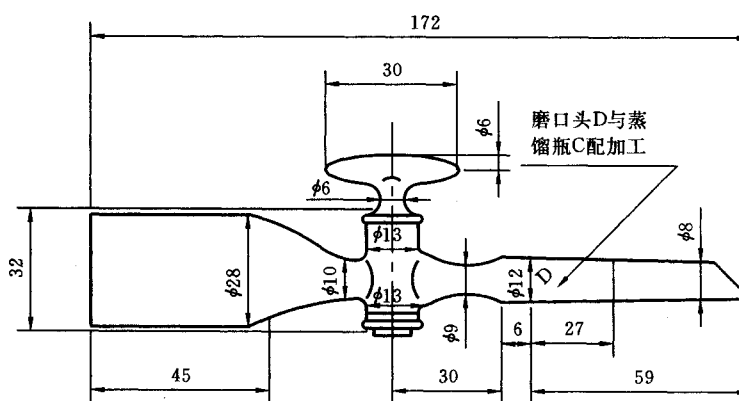
玻璃弯管图



160 mL 石英蒸馏瓶图



玻璃导气管图



25 mL 石英加液漏斗图