



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.8—94

钽 铌 化 学 分 析 方 法 铌 中 硫 量 的 测 定

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

1994-05-09 发布

1994-12-01 实施

国家技术监督局 发布

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+

国家技术监督局1994-05-09批准

1994-12-01实施