



中华人民共和国国家标准

GB 7315.6—87

五氧化二钒化学分析方法 示波极谱法测定硫量

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide—
The oscillopolarographic method
for the determination of sulphur content

1987-02-27 发布

1988-01-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

五氧化二钒化学分析方法 示波极谱法测定硫量

UDC 661.888.22
:543.062

GB 7315.6—87

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide—
The oscillopolarographic method
for the determination of sulphur content

本标准适用于五氧化二钒中硫量的测定。测定范围：0.005~0.070%。

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

以氢碘酸-盐酸-次磷酸为还原剂，兼作试样溶剂，在蒸馏装置中加热使试样溶解，硫以硫化氢形式被还原，在氮气流体的载带下被氢氧化钠溶液所吸收。吸收液于示波极谱仪上测定硫离子的阴极波峰电流值。

2 试剂

分析用水均为三次离子交换水，并经石英容器蒸馏提纯。

2.1 还原剂溶液

2.1.1 盐酸 (ρ , 1.19g/ml)。

2.1.2 氢碘酸：在1000ml氢碘酸中，加入20g次磷酸钠，放入蒸馏瓶中加热，控制蒸馏速度为150~200ml/h，弃去前段馏分，收集沸点125℃以上的馏分。此时蒸出酸的浓度约为7 mol/L。

2.1.3 取200ml盐酸(2.1.1)、300ml氢碘酸(2.1.2)和150ml次磷酸(>50%, *m/m*)，置于还原剂提纯装置(如图2)中，混匀。加热并控制温度，使溶液保持微沸，通氮回馏5~8h。还原剂配制后密封保存，两周内有效。

2.2 吸收液：称取40g氢氧化钠(优级纯)、14g盐酸羟胺(优级纯)，用水溶解后，加入10ml 0.5%聚乙烯醇溶液。用水稀释至1000ml，混匀。

2.3 硫标准溶液：称取0.5435g预先在105℃烘1h并于干燥器中冷却至室温的优级纯硫酸钾，溶于水中，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg硫。

2.4 氮 (>99%)。

3 仪器和设备

3.1 线性扫描示波极谱仪(附三电极系统)。

3.2 还原蒸馏装置(附图1)。