

ICS 77.120  
H 14



# 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

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 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( $\rho$  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( $\rho$  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( $\rho$  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  $\text{H}_2\text{SO}_4$ (2+5)溶解并稀释至 500 mL,混匀。