

电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫

Chemical analysis of zirconium powder
for electro-vacuum uses
The methylene blue photometric method
for determination of sulphur

UDC 669.296-492
.2:543.42
:546.22
GB 3256.7-82

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》。

本标准适用于电真空用锆粉中硫量的测定。测定范围：0.010~0.100%。

1 方法提要

试样用混合熔剂焙烧，用水浸取，以氢碘酸-次磷酸钠为还原剂，在氮气流下加热蒸馏出硫化氢，用乙酸锌溶液吸收，加入N,N-二甲基对苯二胺溶液、三氯化铁溶液使其生成次甲基蓝，于分光光度计680nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸（比重1.19）：高纯。

2.2 盐酸（8.5N）。

2.3 氮气（99.5%以上）：如含氧需用除氧剂除氧。

2.4 混合熔剂：称取1克无水碳酸钠、2克氧化镁、0.1克硝酸铵，在乳钵内磨细混匀。

2.5 氢氧化钾溶液（20%）。

2.6 还原剂：取500毫升氢碘酸、125毫升冰乙酸和75克次磷酸钠，混匀。移入提纯蒸馏器中，通氮气加热至沸并保持微沸状态回流4小时以上。

2.7 吸收液：称取50克乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 和12.5克乙酸钠 $[\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水，用水稀释至1000毫升，混匀。

2.8 N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐溶液（0.3%）：称取1.5克N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐，溶于500毫升盐酸（2.2）中。

2.9 三氯化铁溶液（5%）：称取5克三氯化铁 $[\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，加入1毫升盐酸（2.2），用水稀释至100毫升，混匀。

2.10 高锰酸钾-氯化汞溶液：称取2克高锰酸钾和5克氯化汞，分别用水溶解并稀释至50毫升。将两种溶液混合均匀后使用。在使用中如发现褪色或出现沉淀应及时更换。

2.11 硫标准溶液：

2.11.1 称取0.5435克预先在105℃烘干的硫酸钾溶于水，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含100微克硫。

2.11.2 移取50.00毫升硫标准溶液（2.11.1），置于500毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含10微克硫。

3 仪器

3.1 提纯蒸馏器 (见图1)。

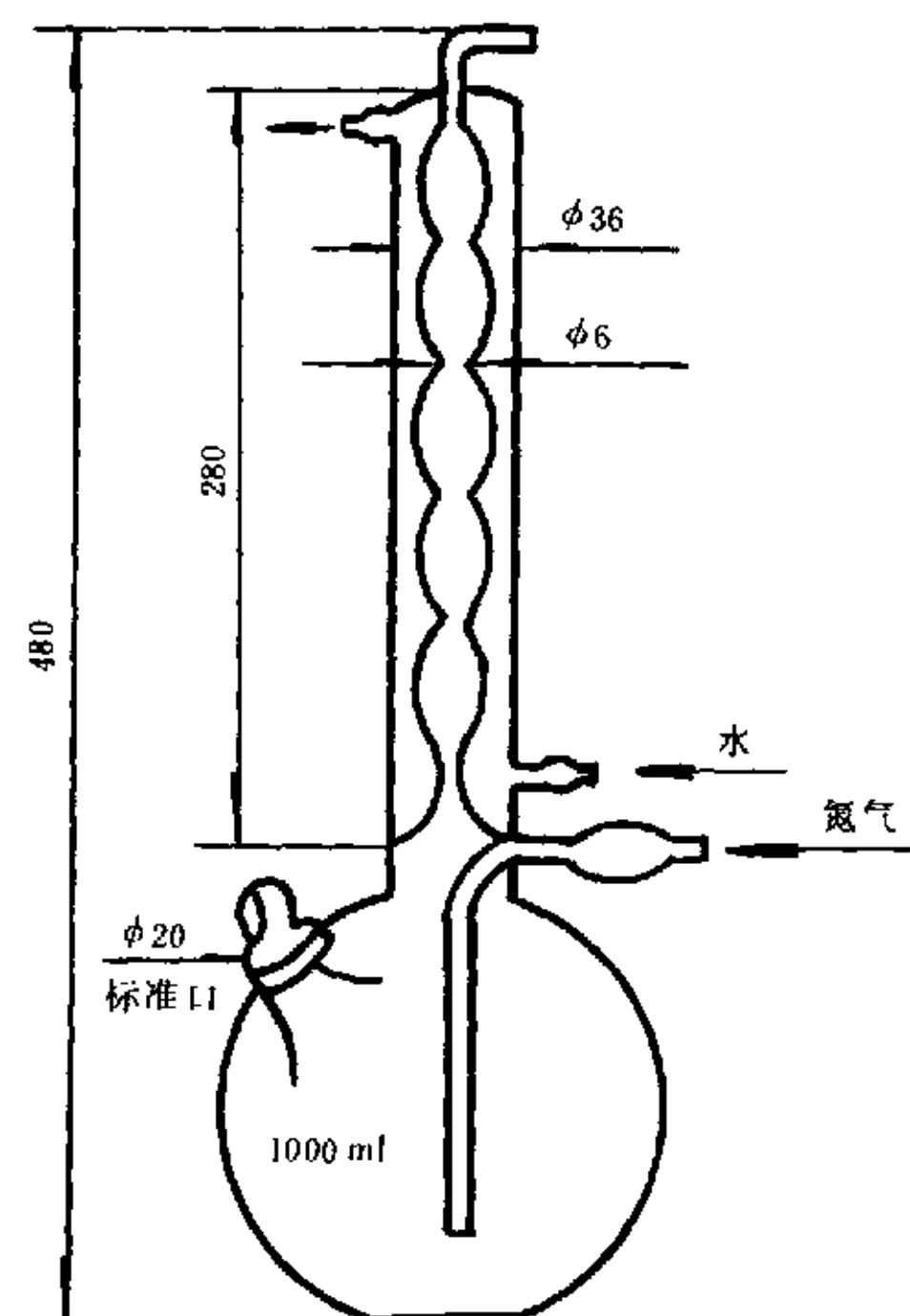


图1 提纯蒸馏器

3.2 还原蒸馏器 (见图2)。

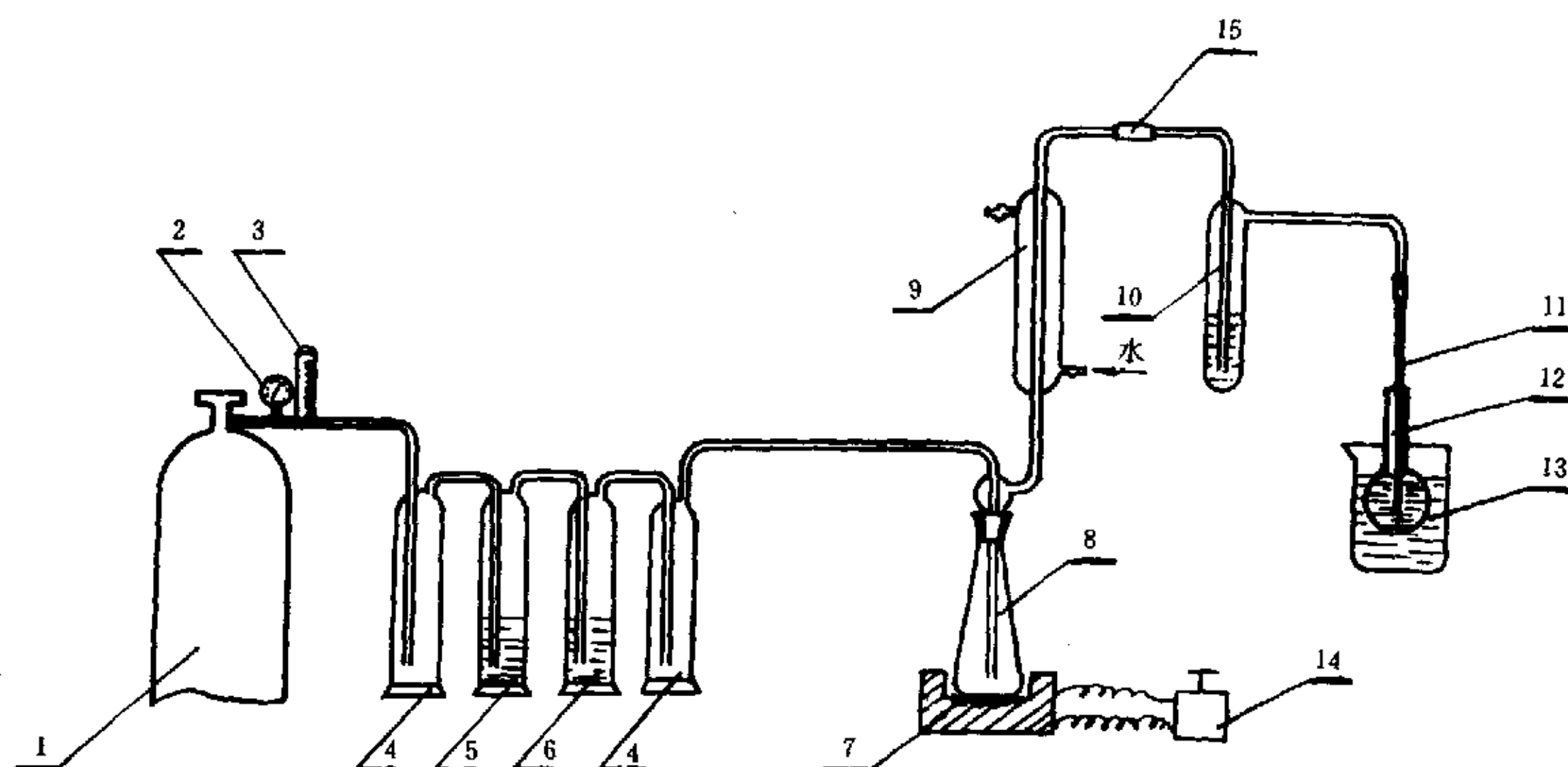


图2 还原蒸馏器

- 1—氮气瓶；2—减压阀；3—流量计；4—空瓶；5—洗气瓶（内装高锰酸钾—氯化水溶液）；
6—洗气瓶（内装20%氢氧化钾溶液）；7—加热炉；8—100毫升磨口锥形瓶；9—冷凝器；
10—洗气管（内装10毫升水）；11—聚乙烯毛细管；12—吸收器（50毫升容量瓶）；13—冷却水杯；
14—调压器；15—聚乙烯管

4 分析步骤

4.1 称取0.5000克试样，置于盛有2.5克混合熔剂（2.4）的30毫升镍坩锅中，混匀。再用0.5克混合熔剂（2.4）覆盖，盖上坩锅盖。随同试样做空白。

4.2 置于高温炉内于 $800 \pm 20^\circ\text{C}$ 焙烧1小时，取出冷却。将坩锅与熔块移入400毫升烧杯中，加入50~70毫升热水浸取，取出坩锅并洗净。加热煮沸浸取液5~10分钟，取下，冷却至室温，移入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用双层滤纸干过滤，弃去最初滤液。

4.3 移取10.00毫升滤液，置于100毫升磨口锥形瓶中，加入2毫升盐酸（2.1），在电热板低温处蒸发至干，冷却。

4.4 加入20毫升还原剂（2.6）于磨口锥形瓶中，将磨口锥形瓶与冷凝器相连接，以每分钟50~60毫升的流速通入氮气（2.3）入磨口锥形瓶。冷凝器通以冷却水，将洗气管的支管接以聚乙烯毛细管并将管嘴插至盛有20毫升吸收液（2.7）和20毫升水的吸收器的近底处。

4.5 通1~2分钟氮气（2.3）以排除空气，然后调加热炉温度使溶液于2分钟内达到沸腾，并保持微沸状态25~30分钟，移去电炉，立即从洗气管支管上取下聚乙烯毛细管。沿聚乙烯毛细管内外壁加入5毫升N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐溶液（2.8）以便将粘附在管壁上的硫化锌洗入吸收液中。

4.6 将吸收器加塞倒置一次，迅速加入1毫升三氯化铁溶液（2.9），加塞剧烈振荡30秒钟，放置5~10分钟，用水稀释至刻度，混匀。静置20分钟。

4.7 将部分溶液移入1厘米比色皿中，以水为参比，于分光光度计680 nm处测量其吸光度，减去随同试样空白吸光度，从工作曲线上查出相应的硫量。

5 工作曲线的绘制

移取0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升硫标准溶液（2.11.2）置于--组100毫升磨口锥形瓶中，加入1~2毫升盐酸（2.1），在电热板低温处蒸发至干，冷却。以下从分析步骤4.4条开始进行。以水为参比测量其吸光度，减去试剂空白吸光度，以硫量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算硫的百分含量：

$$S(\%) = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的硫量，克；

V_1 ——分取试液体积，毫升；

V ——试液总体积，毫升；

m ——称样量，克。

7 允许差

试验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
含 硫 量	允 许 差	
0.010~0.030	0.003	
0.030~0.060	0.005	
0.060~0.100	0.008	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人周国栋。