



# 中华人民共和国国家标准

GB 3654.7—83

---

## 铌铁化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫量

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The methylene blue photometric method for  
the determination of sulfur content

1983-05-02 发布

1984-03-01 实施

---

国家标准局 批准

铌铁化学分析方法  
次甲基蓝光度法测定硫量

UDC 669.15/293  
:543.42:546  
.22  
GB 3654.7-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The methylene blue photometric method for  
the determination of sulfur content

本标准适用于铌铁中硫量的测定。测定范围0.005~0.035%。

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

将试样用磷酸-磷酸亚锡溶液溶解,使硫还原为二价,在氮气流中加热蒸馏,使二价硫以硫化氢的状态蒸出。用氢氧化钠溶液吸收,用N, N-二甲基对苯二胺溶液和三氯化铁溶液发色,生成次甲基蓝,测量其吸光度。0.03mg以上的硒和0.05mg以上的碲对测定有干扰。

### 2 试剂

2.1 氢氧化钠溶液 (5%)。

2.2 氢氧化钾溶液 (20%)。

2.3 三氯化铁盐酸 (1+20) 溶液 (1%)。

2.4 N, N-二甲基对苯二胺盐酸盐盐酸 (11N) 溶液 (0.3%)。

2.5 磷酸-磷酸亚锡溶液。

移取250ml磷酸(比重1.70),置于蒸酸装置的磨口石英蒸酸器中,加热至25℃以上,加入33g氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),在流量为150~200ml/min的氮气流下,继续加热至280℃,保持30min。蒸酸器中溶液备用。

2.6 洗气溶液。

称取5g氯化汞、2g高锰酸钾溶于100ml水中,混匀。

2.7 硫标准溶液

2.7.1 称取0.5444g预先于105℃烘2h并冷至室温的硫酸钾(优级纯),置于250ml烧杯中,用水溶解,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.10mg硫。

2.7.2 移取10.00ml硫标准溶液(2.7.1),置于100ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含10μg硫。

### 3 仪器

3.1 蒸酸装置(见图1)。