

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号: 16304—2005

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3542—2005  
代替 HG/T 3542—1986

---

### 化肥催化剂中微量硫分析方法

Analytical method of micro-sulphur in fertilizer catalyst



060511000056

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准代替 HG/T 3542—1986《化肥催化剂微量硫分析方法》。

本标准与 HG/T 3542—1986 相比主要变化如下：

- 标准名称修订为：化肥催化剂中微量硫分析方法；
- 增加了安全提示；
- 增加了附录 A 和附录 B；
- 增加了平行测定结果允许差的规定；
- 将硫酸根的质量分数改为硫的质量分数（原标准的方法二；本标准的 6.5）；
- 将比色皿改为吸收池；
- 将原标准中不同量纲的百分比浓度改为以克每升表示；
- 对标准作了编辑性修改。

本标准的附录 B 为规范性附录，附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会化肥催化剂标准化分技术委员会（SAC/TC105/SC1）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院。

本标准主要起草人：邱爱玲、张汝爱、郑京荣、郭含英。

本标准于 1986 年首次发布为化工专业标准，标准编号为 ZB G 75001—1986；1997 年转化为推荐性化工行业标准，重新编号为 HG/T 3542—1986；本次为第一次修订。

# 化肥催化剂中微量硫分析方法

## 1 范围

本标准规定了用次亚磷酸钠还原亚甲基蓝分光光度法和硫酸钡称量分析法测定化肥催化剂中微量硫的质量分数。

本标准适用于各类化肥催化剂中微量硫的质量分数的测定,其中次亚磷酸钠还原亚甲基蓝分光光度法适用于硫的质量分数在 0.000 5%~0.1% 的硫的测定,硫酸钡称量分析法适用于硫的质量分数在 0.03%~0.7% 的硫的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1:1990)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

## 3 一般规定

**安全提示**——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

## 4 采样

### 4.1 实验室样品

按 GB/T 6678—2003 中 7.6 以及 GB/T 6679—2003 中 3.2 的有关规定采样取得。

### 4.2 试样

将实验室样品混合均匀,用四分法分取约 100 g,于清洁干燥的钢臼或瓷钵内砸碎研细,使通过 250  $\mu\text{m}$  试验筛(符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列),再用四分法分取约 50 g,继续用玛瑙研钵研细,使样品全部通过 150  $\mu\text{m}$  试验筛(符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列),放入称量瓶中,置于干燥器内,备用。

## 5 次亚磷酸钠还原亚甲基蓝分光光度法

### 5.1 原理

在氮气气氛中试样经氢碘酸、次亚磷酸钠溶液溶解并还原硫及硫酸盐成硫化氢气体逸出。用乙酸镉溶液吸收后加入 *N,N*-二甲基对苯二胺、氯化铁溶液,显亚甲基蓝色,于波长 660 nm 处测量其吸光度。

### 5.2 试剂和材料

5.2.1 氢碘酸:密度约 1.71 g/mL,提纯方法参见附录 A。

5.2.2 冰乙酸:密度约 1.05 g/mL。

5.2.3 次亚磷酸钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。