

ICS 77.120.99
H 17

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 519.3—2009
代替 YS/T 519.3—2006

YS/T 519.3—2009

砷化学分析方法 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法

Methods for chemical analysis of arsenic—
Part 3: Determination of sulfur content—
Barium sulphate gravimetric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
砷化学分析方法
第 3 部分：硫量的测定
硫酸钡重量法
YS/T 519.3—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷

书号：155066·2-20494 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



YS/T 519.3—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

饱和溶液(3.4)(切记,此时不能加热,以防爆炸),必要时酌情补加 2 g~3 g 氯酸钾(3.2),待激烈反应停止后,盖上表面皿,移至电炉上加热溶解至完全并蒸干。取下稍冷,加入 10 mL 盐酸(3.3),用水吹洗表面皿及杯壁,低温蒸干。取下稍冷,加入 10 mL 盐酸(3.3),再低温蒸干。取下,加入 3 mL 盐酸(3.3)及 50 mL 水,加热溶解盐类,用中速滤纸过滤,热水洗涤烧杯与沉淀共 12 次,滤液用水稀释至 200 mL。

6.3.2 将溶液煮沸,取下,在不断搅拌下加入 25 mL 氯化钡溶液(3.5),再煮沸 5 min~10 min,在 50 °C~60 °C 静置 2 h 以上。

6.3.3 用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀,将烧杯中的沉淀全部转移到滤纸上,用热水洗涤沉淀至无氯离子[用硝酸银(3.6)检查]为止。

6.3.4 将滤纸连同沉淀移入已恒重的瓷坩埚中(m_1),在电炉上灰化后,移入已升温至 850 °C 的马弗炉(4.2)中,在 800 °C~850 °C 下灼烧 30 min。取出放入干燥器中,冷却至室温,在分析天平(4.1)上称量。重复灼烧、冷却、称量,直至恒重(m_2)。

7 分析结果的计算

按式(1)计算试料中硫的质量分数 w_s ,数值以%表示:

$$w_s = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 0.1374}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——坩埚和硫酸钡的质量,单位为克(g);

m_1 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——空白试验坩埚和空白的质量,单位为克(g);

m_3 ——空白试验坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

0.1374——硫酸钡与硫的换算因数。

所得结果表示至小数点后第三位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法获得:

表 1 重复性限

硫的质量分数/%	0.100	0.281	0.478
r /%	0.032	0.032	0.043

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法获得:

表 2 再现性限

硫的质量分数/%	0.100	0.281	0.478
R /%	0.035	0.055	0.078

前 言

YS/T 519—2009《砷化学分析方法》共分 4 个部分:

——第 1 部分:砷量的测定 溴酸钾滴定法;

——第 2 部分:铋量的测定 孔雀绿分光光度法;

——第 3 部分:硫量的测定 硫酸钡重量法;

——第 4 部分:铋、铊、硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 519 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 519.3—2006(原 GB/T 4373.3—1984)《砷化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫量》。与 YS/T 519.3—2006 相比,本部分主要有如下变动:

——对试样粒度提出了新的要求,由试样须经 80 目筛筛分,直径不大于 2 mm,改为试样全部通过 0.84 mm 筛,再用 0.42 mm 筛筛分;

——对称样比例进行了修改,由按筛上与筛下比为 3:1 称取,修改为按筛上筛下实际比例称取;

——空白试验称取与试料相同量的砷基体进行;

——对文本格式进行了修改;

——补充了精密度、质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人:谭平生、曾光明、鲍炳辉、孙孝惠、刘彬彬、蔡军、刘嫣、庞文林、李四红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4373.3—1984;

——YS/T 519.3—2006。