

## 7.2 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3数据采用线性内插法求得:

表3 再现性限 %

硫的质量分数	0.000 5	0.005 1	0.010
$R$	0.000 3	0.001 8	0.003 6
注:再现性限( $R$ )为 $2.83S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。			

## 8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 226.6—2009  
代替 YS/T 226.10—1994

# 硒化学分析方法

## 第6部分:硫量的测定

### 对称二苯氨基脲分光光度法

Methods for chemical analysis of selenium—  
Part 6: Determination of sulfur content—  
Diphenylcarbazine spectrophotometry



YS/T 226.6—2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-20504

定价: 14.00 元

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

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
硒化学分析方法  
第6部分:硫量的测定  
对称二苯氨基脲分光光度法  
YS/T 226.6—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 9 千字  
2010年4月第一版 2010年4月第一次印刷  
\*  
书号:155066·2-20504 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

5.2 空白实验

随同试料做空白实验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于150 mL烧杯中,加入少量水润湿,加入1 mL氯化钠溶液(3.11),1.00 mL硫标准溶液(3.17),3 mL硝酸(3.7),盖上表皿,低温加热至大部分硒溶解,取下冷却,再加入1 mL氢溴酸(3.2),加热溶解并蒸至近干,取下表皿,置于预先升温至480 °C的硒挥发炉中,挥发硒2.5 h。取出,冷却,加入1 mL氢溴酸(3.2),蒸至白烟冒尽,取下,以少量水吹洗并煮沸,冷却,移入10 mL比色管中,以水稀释至5 mL。

注:溶样时,称样量大于0.500 0 g试样时,加10 mL硝酸(3.7),2 mL氢溴酸(3.2)溶解。

5.3.2 依次加入1.5 mL铬酸钡悬浊液(3.15),充分摇匀,加入0.5 mL含钙氨水溶液(3.13),摇匀,再用无水乙醇(3.9)稀释至10 mL(V<sub>0</sub>),摇匀。放置30 min后,用定量慢速双层滤纸过滤于10 mL干燥比色管中,备用。

5.3.3 吸取5.00 mL(V<sub>1</sub>)溶液(5.3.2)于50 mL容量瓶中,加水约20 mL,加入1滴对硝基酚溶液(3.10),用盐酸(3.5)调酸度至淡黄色,再用盐酸(3.6)调至无色,加入2 mL盐酸(3.6),摇匀,再加入2 mL对称二苯氨基脲溶液(3.12),摇匀,以水定容。用1 cm比色皿,在分光光度计波长542 nm处,以样品空白(5.2)为参比,测量其吸光度,在工作曲线上查得相应的硫的质量(m<sub>1</sub>)。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL硫标准溶液(3.17),分别置于一组10 mL比色管中,以水稀释至约6 mL,以下按5.3.2、5.3.3进行。

5.4.2 以系列标准溶液的第一点作参比溶液,测量其吸光度。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

按式(1)计算硫的质量分数w<sub>s</sub>,数值以%表示:

$$w_s = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m<sub>0</sub>——试料量,单位为克(g);
- m<sub>1</sub>——自工作曲线上查得的硫量,单位为微克(μg);
- V<sub>0</sub>——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>1</sub>——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果保留两位有效数字(结果小于0.001%时,保留一位有效数字)。

7 精密度

7.1 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2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限 %

硫的质量分数	0.000 5	0.005 1	0.010
r	0.000 2	0.001 5	0.003

注:重复性限(r)为2.83S<sub>r</sub>,S<sub>r</sub>为重复性标准偏差。

## 4 仪器

## 4.1 分光光度计。

## 4.2 硒挥发炉(见图1)。

## 5 分析步骤

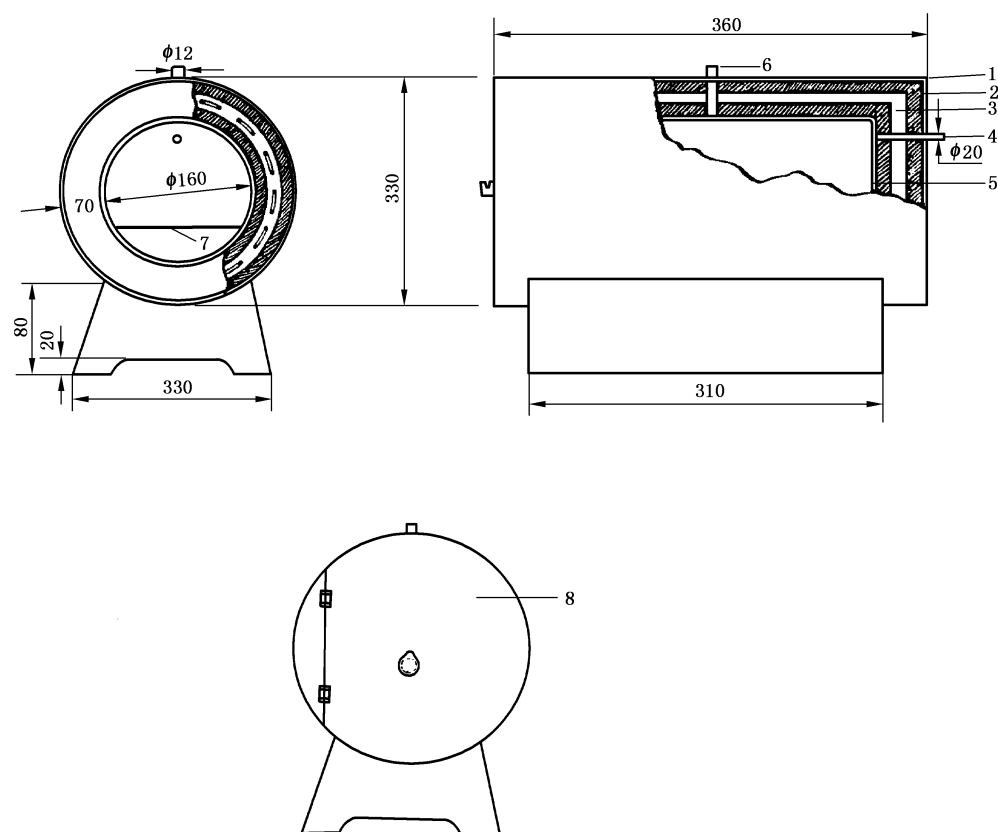
## 5.1 试料

按表1称取试料,精确至0.000 1 g。

表1 试料称样量

硫质量分数/%	称样量( $m_0$ )/g
0.000 5~0.002	4.000
>0.002~0.004	2.000
>0.004~0.01	0.500

单位为毫米



- 1—外壳;  
2—保温层(石棉泥);  
3—坩埚炉;  
4—排气孔;  
5—玻璃层(5 000 mL 烧杯);  
6—热电偶孔;  
7—不锈钢板(142 mm×260 mm×1 mm);  
8—炉盖。

图1 硒挥发炉

## 前 言

YS/T 226《硒化学分析方法》共分为13个部分:

- 第1部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第2部分:锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第3部分:铝量的测定 铬天青S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
- 第4部分:汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法
- 第5部分:硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第6部分:硫量的测定 对称二苯氨基脲分光光度法
- 第7部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第8部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第9部分:铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第10部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第11部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第12部分:硒量的测定 硫代硫酸钠容量法
- 第13部分:银、铝、砷、硼、汞、铋、铜、镉、铁、镓、铟、镁、镍、铅、硅、锑、锡、碲、钨、锌量的测定 电感耦合等离子体质谱法

本部分为YS/T 226的第6部分。

本部分代替YS/T 226.10—1994《硒中硫量的测定 蒸馏还原吸光度法》。与YS/T 226.10—1994相比,本部分主要有如下变化:

- 测定范围由0.000 5%~0.03%调整为0.000 5%~0.01%;
- 由比浊吸光度法改为对称二苯氨基脲分光光度法;
- 补充了质量保证和控制条款;
- 增加了重复性限,将允许差改为再现性限。

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:金川集团有限公司。

本部分参加起草单位:北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:于乾勇、张发志、杨秀萍、韩敏、林秀英、于晓霞、刘红、高燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 2119—1980;
- YS/T 226.10—1994。