

## 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—  
Diphenylcarbazide spectrophotometry

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](http://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

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

## 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：铈量的测定 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、钛、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。

# 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

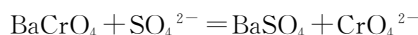
#### 1 范围

YS/T 226 的本部分规定了硒中硫量的测定方法。

本部分适用于硒中硫量的测定。测定范围：0.000 5%~0.01%。

#### 2 方法提要

试料用硝酸、氢溴酸分解并挥发分离硒，硫被氧化成  $\text{SO}_4^{2-}$ 。在含乙醇的氨性介质中， $\text{SO}_4^{2-}$  在过量的  $\text{BaCrO}_4$  存在下定量进行如下反应：



释放出的  $\text{CrO}_4^{2-}$  在盐酸介质中，与对称二苯氨基脲生成可溶性紫色络合物，于分光光度计波长 542 nm 处，测量其吸光度，按标准曲线法计算硫量。

#### 3 试剂

如无特别说明，本部分所用水均为二次蒸馏水，所用试剂均为优级纯。

- 3.1 铬酸钡( $\text{BaCrO}_4$  含量不小于 98%)。
- 3.2 氢溴酸( $\rho$ 1.38 g/mL)。
- 3.3 冰乙酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.4 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)高纯。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+11)。
- 3.7 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)高纯。
- 3.8 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。
- 3.9 无水乙醇。
- 3.10 对硝基酚(1 g/L)。
- 3.11 氯化钠溶液(25 g/L)。
- 3.12 对称二苯氨基脲溶液：称取 0.8 g 对称二苯氨基脲溶解于 100 mL 无水乙醇中，过滤于棕色瓶中，加入 1 mL 盐酸(3.6)作稳定剂。
- 3.13 含钙氨水溶液：于 200 mL 氨水(3.8)中加入 130 mL 水，1.2 g 氯化钙，振荡后贮于聚乙烯瓶中。
- 3.14 混合酸溶液：0.42 mL 盐酸(3.4)与 14.7 mL 冰乙酸(3.3)混合，用水稀释至 200 mL。
- 3.15 铬酸钡悬浊液：称取 0.5 g 铬酸钡(3.1)溶于 200 mL 混合酸溶液(3.14)中，贮于聚乙烯瓶中。使用前充分振摇。
- 3.16 硫标准贮存溶液：准确称取 1.386 5 g 预先在 105 ℃ 烘 2 h 的硫酸钾基准试剂，置于 200 mL 烧杯中，用适量水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 0.25 mg 硫。
- 3.17 硫标准溶液：移取 20.00 mL 硫标准贮存溶液(3.16)于 500 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  硫。