



中华人民共和国国家标准

GB/T 9731—2007
代替 GB/T 9731—1988

化学试剂 硫化合物测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of sulphur compounds

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2007-10-25 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂 第 1 部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9731—1998《化学试剂 硫化合物测定通用方法》。

本标准与前版标准在技术内容上没有差异,按 GB/T 1.1—2000 的要求,仅是做了一些编辑性修改。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、陈红。

本标准于 1988 年首次发布。

化学试剂

硫化物测定通用方法

1 范围

本标准规定了将硫化物转变成硫酸盐并用目视比浊法测定的通用方法。

本标准适用于有机溶剂中无机硫化物和能与氢氧化钾乙醇溶液反应生成黄原酸钾的有机硫化物总量的测定。检测范围为 $0.4 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 4 \mu\text{g}/\text{mL}$ (以 SO_4 计)。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

3 方法原理

有机溶剂与氢氧化钾乙醇溶液回流,样品中的无机硫化物以及能与氢氧化钾乙醇溶液反应生成黄原酸钾的有机硫化物均转变成相应的盐,用合适的氧化剂能将这些盐类氧化为硫酸盐。可用硫酸钡目视比浊法测定。硫化物的质量分数以硫酸盐计。

4 试剂和材料

本标准除另有规定外,所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5 仪器和装置

5.1 一般实验室仪器。

5.2 磨口回流装置。

6 测定

按产品标准的规定取样,加入 50 mL 氢氧化钾-乙醇溶液,加热回流 30 min。从冷凝器上端加入 50 mL 水,除去冷凝器,在水浴上蒸干。加 5 mL “30% 过氧化氢”,再在水浴上保温 15 min,用盐酸溶液(20%)中和并过量 1 mL,将溶液稀释至一定体积,取出部分溶液于水浴上蒸干。加 5 mL 水溶解残渣(必要时过滤),用氢氧化钠溶液(10 g/L)中和后,按 GB/T 9728 的规定测定硫酸盐。同时做空白试验。

标准比浊溶液的制备是取空白试验溶液及规定量的硫酸盐(SO_4)标准溶液,与加 5 mL 水溶解残渣(必要时过滤)、用氢氧化钠溶液(10 g/L)中和后的试液同时同样处理。