

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3341—2012

石膏板中硫化物含量的测定 亚甲基蓝 分光光度法

Determination of sulfide in gypsum plasterboard—
Methylene blue spectrophotometric method

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：魏红兵、杨丽飞、王素梅、高博、苏明跃、陈广志。

石膏板中硫化物含量的测定 亚甲基蓝 分光光度法

1 范围

本标准规定了亚甲基蓝分光光度法测定石膏板中硫化物的含量。
本标准适用于石膏板中硫化物含量的测定。
测定范围:石膏板中硫化物含量(以硫化氢计算)为 0.50 $\mu\text{g/g}$ ~80.00 $\mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 21297 实验室玻璃仪器 互换锥形磨砂接头

3 方法提要

试样用盐酸溶液分解硫化物,产生的硫化氢用乙酸镉缓冲溶液吸收,形成硫化镉沉淀,加入硫酸溶液生成硫化氢,硫化氢与对氨基二甲基苯胺溶液和三氯化铁溶液作用,生成亚甲基蓝。用分光光度计比色定量。

4 试剂

除非另有规定,所有试剂均为分析纯,试验用水为 GB/T 6682 中规定的二级水或以上规格。

- 4.1 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.2 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。
- 4.3 乙酸($\rho=1.05\text{ g/mL}$)。
- 4.4 硫酸镉。
- 4.5 氢氧化钠。
- 4.6 聚乙烯醇磷酸铵。
- 4.7 对氨基二甲基苯胺盐酸盐。
- 4.8 三氯化铁。
- 4.9 磷酸氢二铵。
- 4.10 碘酸钾,一级。
- 4.11 硫代硫酸钠。
- 4.12 碳酸钠。
- 4.13 淀粉。

- 4.14 碘化钾。
- 4.15 碘。
- 4.16 硫化钠。
- 4.17 甘油。
- 4.18 盐酸(1+1)。
- 4.19 硫酸(1+1)。
- 4.20 磷酸-丙酮溶液:0.02 mol/L。
- 4.21 吸收液:称量 4.3 g 硫酸铜(4.4)、0.3 g 氢氧化钠(4.5)以及 10 g 聚乙烯醇磷酸铵(4.6)分别溶于水中,将三种溶液混合,强烈振摇至完全混溶,再用水稀释至 1 L。此溶液为白色悬浮液,每次用时强烈振摇均匀再量取,贮于冰箱中可保存 1 周。
- 4.22 对氨基二甲基苯胺储备液:量取 50 mL 硫酸(4.2)缓慢加入 30 mL 水中,放冷后,称量 12 g 对氨基二甲基苯胺盐酸盐(4.7)溶于硫酸溶液中。贮于冰箱中,可保存 1 年。
- 4.23 对氨基二甲基苯胺使用液:量取 2.5 mL 对氨基二甲基苯胺储备液(4.22),用硫酸溶液(4.19)稀释至 100 mL。
- 4.24 三氯化铁溶液:称量 100 g 三氯化铁(4.8)溶于水中,稀释至 100 mL。若有沉淀,需要过滤后使用。
- 4.25 混合显色液:临用时,按 1 mL 对氨基二甲基苯胺使用液(4.23)和 1 滴(0.04 mL)三氯化铁溶液(4.24)的比例相混合。此混合液要现用现配,若出现有沉淀物生成,应弃之不用。
- 4.26 磷酸氢二铵溶液:称量 40 g 磷酸氢二铵(4.9)溶于水中,并稀释至 100 mL。
- 4.27 碘酸钾标准溶液 1/6 mol/L:准确称量 3.566 8 g 经 105 ℃干燥 2 h 的碘酸钾(4.10),溶于水中,移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。
- 4.28 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:称量 25 g 硫代硫酸钠(4.11)溶于新煮沸冷却后的水中,加入 0.2 g 碳酸钠(4.12),并稀释至 1 L,贮存于棕色瓶中,如浑浊应过滤。放置一周后,标定浓度。

标定方法:准确量取 25.00 mL 0.1 mol/L 碘酸钾标准溶液(4.27),于 250 mL 碘量瓶中,加入 75 mL 新煮沸冷却水,再加 3 g 碘化钾(4.14)和 10 mL 乙酸(4.3)。摇匀后,暗处放置 3 min,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液(4.28)滴定析出的碘至淡黄色。再加 1 mL 0.5%淀粉溶液(4.33),呈蓝色。再继续滴定至蓝色刚刚褪去,即为终点,记录所消耗硫代硫酸钠的体积。重复做两次滴定,所用硫代硫酸钠溶液体积和误差不超过 0.05 mL,硫代硫酸钠溶液的浓度按式(1)计算:

$$N = \frac{0.1 \times 25.00}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
N ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度;
V ——滴定所用硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL)。

- 4.29 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:准确吸量 100 mL 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液(4.28),用新煮沸冷却后的水稀释至 1 L。
- 4.30 0.1 mol/L 碘溶液:称量 40 g 碘化钾(4.14),溶于 25 mL 水中,再称量 12.7 g 碘(4.15),溶于碘化钾溶液中,并用水稀释至 1 L。移入棕色瓶中,暗处贮存。
- 4.31 0.01 mol/L 碘溶液:精确吸量 100 mL 0.10 mol/L 碘溶液(4.30)于 1 L 棕色容量瓶中,另称量 18 g 碘化钾(4.14)溶于少量水中,移入容量瓶中,用水稀释至刻度。
- 4.32 硫化氢标准溶液:取硫化钠晶体(4.16),用少量水清洗表面,用滤纸吸干,称量 0.71 g 硫化钠晶体,溶于新煮沸冷却的水中,再稀释至 1 L。用下述的碘量法标定浓度。标定后,立即用新煮沸冷却的水稀释成 1.00 mL 含 5μg 的硫化氢标准溶液。由于硫化钠在水溶液中极不稳定,稀释后应立即做标准曲线,标准溶液必须每次新配,现标定,现使用。

标定方法:精确吸量 20.00 mL 0.01 mol/L 碘的标准溶液(4.31)于 250 mL 碘量瓶中。加 90 mL 水,加 1 mL 盐酸溶液(4.18),准确加入 10.00 mL 硫化氢标准溶液(4.32),混匀,放在暗处 3 min。再用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液(4.29)滴定至浅黄色,加 1 mL 新配制的 0.5%淀粉溶液(4.33)呈蓝色,用少量水冲洗瓶的内壁,再继续滴定至蓝色刚刚消失(由于有硫生成,使溶液呈微浑浊色。此时,要特别注意滴定终点颜色突变)。读出所用硫代硫酸钠标准溶液的体积。同时另取 10 mL 水做空白滴定,各重复两次,两次滴定所用硫代硫酸钠的体积误差不超过 0.05 mL。硫化氢浓度按式(2)计算。

$$c = \frac{V_2 - V_1}{10} \times N \times 17 \dots\dots\dots (2)$$

式中:
c ——硫化氢的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
V₂——空白滴定所用硫代硫酸钠的体积,单位为毫升(mL);
V₁——样品滴定所用硫代硫酸钠的体积,单位为毫升(mL);
N——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度;
17——硫化氢的当量。

4.33 0.5%淀粉溶液:称量 0.5 g 可溶性淀粉(4.13),加 5 mL 水调成糊状后,再加入 100 mL 沸水中,并煮沸 2 min~3 min,至溶液透明,冷却,临用现配。

5 仪器

- 5.1 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.2 具塞比色管:10 mL。
- 5.3 分光光度计:配备 1 cm 比色皿,波长范围覆盖 665 nm。
- 5.4 抽提烧瓶(A):容积 150 mL,有 34/35 锥形磨口接口。
- 5.5 减速调节器(B)。
- 5.6 冷凝器(C):有效长度 22 cm 左右,有 14/23 锥形插口,14/23 接口以及 10/19 侧插口。
- 5.7 分液漏斗(D):容积 100 mL,有 14/23 锥形插口,活塞及 14/23 瓶塞。
- 5.8 吸收管(E):有 10 mL 刻度线,并配有黑色避光套。
- 5.9 空气采样器(F):流量范围 0.2 L/min~2 L/min,流量稳定。使用时,用皂膜流量计校准采样系列在采样前和采样后的流量,流量误差应小于 5%。
- 5.10 硫化物测定装置:5.5~5.9 所用玻璃仪器均用磷酸-丙酮溶液(4.20)涂渍后,烘干,备用。按图 1 组装。允许使用功能相同的仪器取代上述仪器。所有的磨口接口都要遵从 GB/T 21297 中的要求,并在组装前用甘油(4.17)密封。

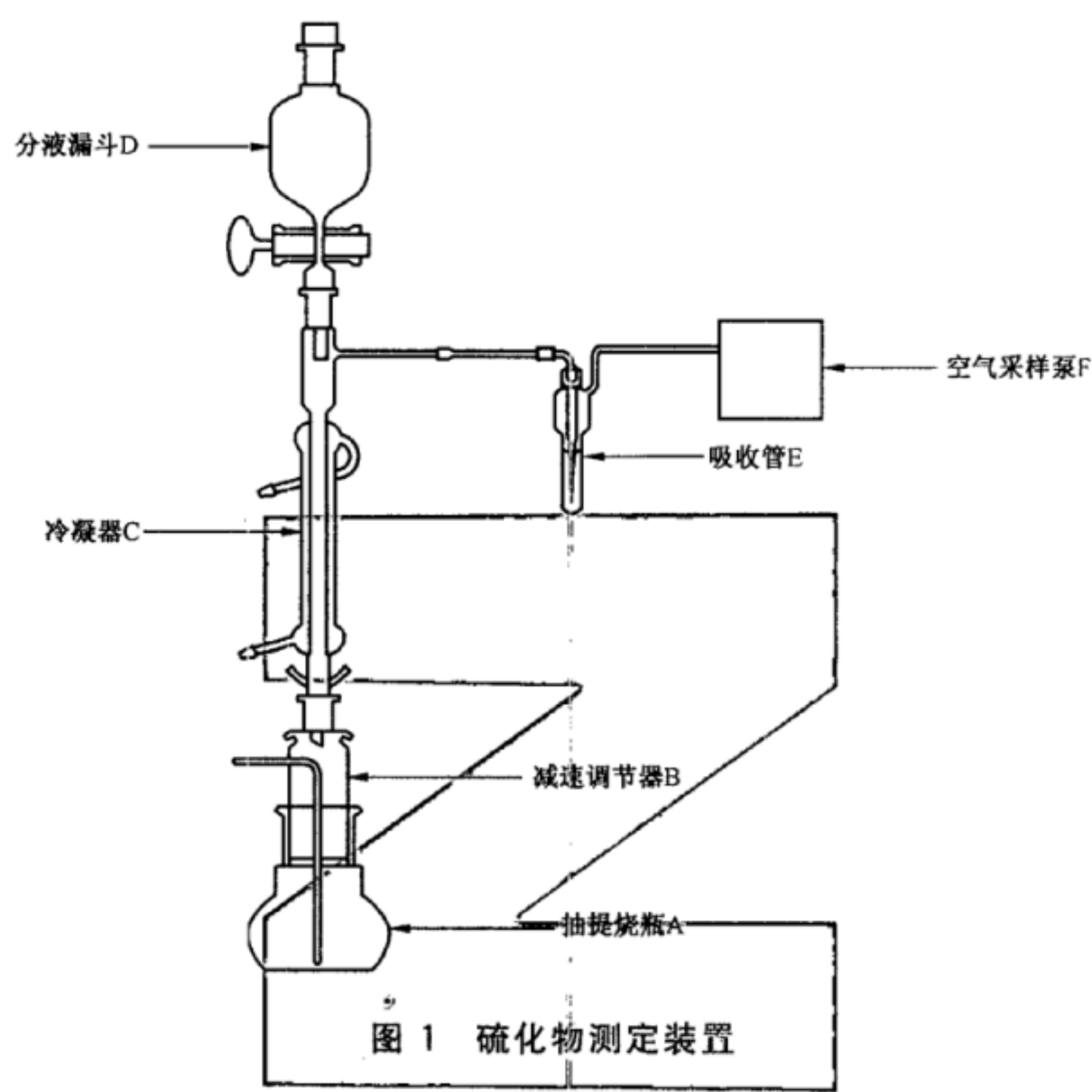


图 1 硫化物测定装置

6 分析步骤

- 6.1 试样制备:将样品研磨后筛分,取粒度小于 0.25 mm 样品在干燥器中放置 2 h 以达到平衡。称取 0.5 g~1 g 试样,精确到 0.000 1 g。独立地进行两次称量,取其平均值。
- 6.2 试样消解:将试样置于抽提烧瓶(5.4)中,用少许水润湿,将 8 mL 吸收液加入吸收管(5.8),组装实验装置,将空气采样器流速调节为 0.3 L/min,从分液漏斗(5.7)中向抽提烧瓶(5.4)中缓慢加入盐酸溶液(4.18)40 mL,缓慢加热至微沸,并保持 30 min~40 min,终止加热后,将吸收管(5.8)内吸收液转移至具塞比色管(5.2)中。
- 6.3 试样分析:将 6.3 的吸收液在 6 h 内按照用标准溶液绘制标准曲线的操作步骤显色,测定吸光度。同时,用 8 mL 未采样的吸收液(4.21)作试剂空白的测定。若样品溶液的吸光度超过标准曲线范围,可将样品溶液用吸收液稀释后测定吸光度。
- 6.4 标准溶液工作曲线配制:在 6 个具塞比色管中分别移取 8 mL 吸收液,分别加入 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8 mL 硫化氢标准工作溶液(4.32),立即倒转摇匀,各管立即加入 1 mL 混合显色液(4.25),加盖倒转,缓缓混合均匀,放置 30 min。加 1 滴磷酸氢二铵溶液(4.26),摇匀,以排除 Fe³⁺ 的颜色。用 1 cm 比色皿,以水作参比,在波长 665 nm 处测定吸光度。以硫化氢含量(μg)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,并计算回归直线方程。

7 结果计算

按式(3)计算硫化物的含量(以硫化氢计),数值以微克每克(μg/g)表示,结果保留两位小数。

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \times R \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X ——试样中硫化物(以硫化氢计)的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)；

m_1 ——从标准曲线上查得试样溶液中硫化氢的质量,单位为微克(μg)；

m_0 ——从标准曲线上查得空白溶液中硫化氢的质量,单位为微克(μg)；

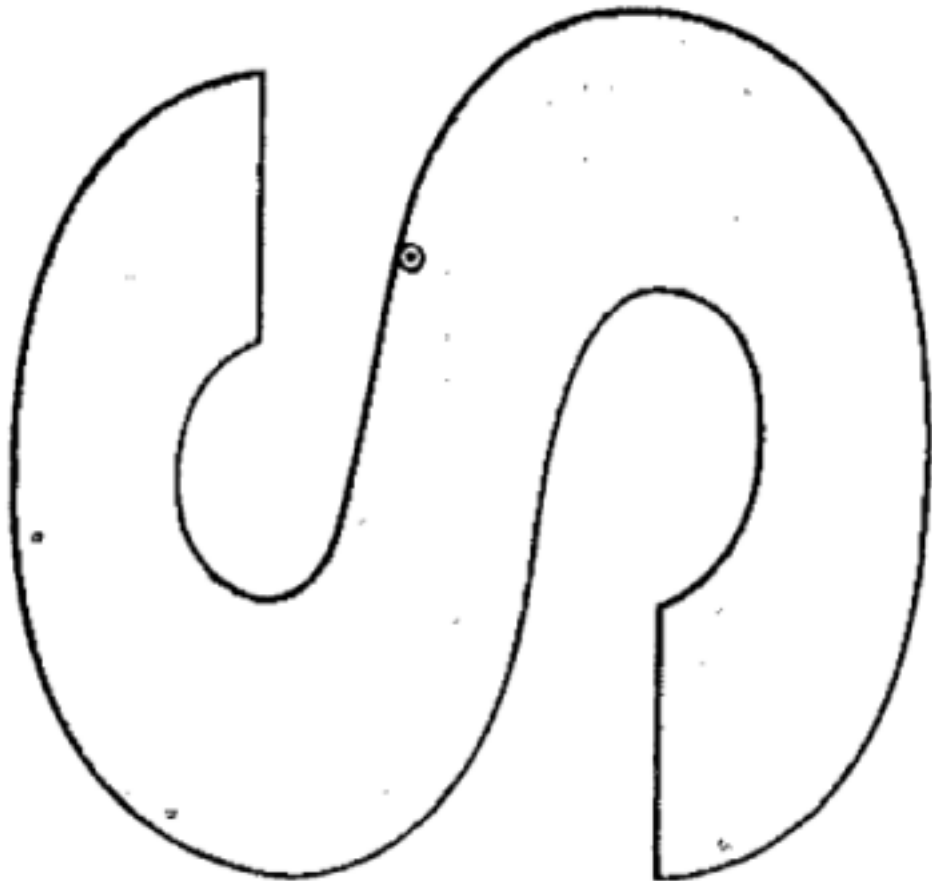
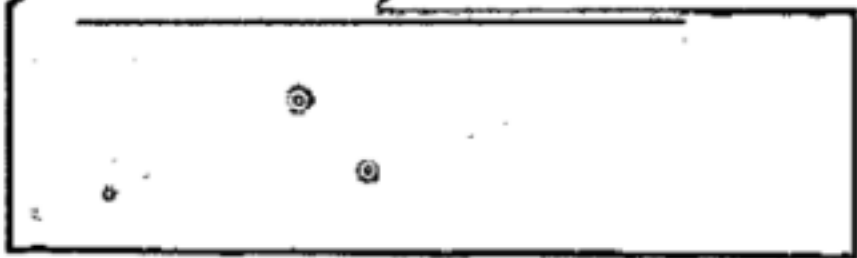
R ——样品溶液的稀释倍数；

m ——试样的质量,单位为克(g)。

8 精密度

由 8 个实验室对 5 个水平的试样进行方法精密度试验,按照 GB/T 6379.2 进行统计,结果见表 1。

表 1 方法精密度			单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)
水平范围	重复性限 r	再现性限 R	
0.50~80.00	$y=0.092\ 1x+0.037\ 5$	$y=0.544\ 5x^{0.683\ 7}$	



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
石膏板中硫化物含量的测定 亚甲基蓝
分光光度法

SN/T 3341—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013年7月第一版 2013年7月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25339 定价 16.00 元



SN/T 3341-2012