

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 574.7—2009  
代替 YS/T 574.7—2006

---

### 电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝分光光度法测定硫量

Methods for chemical analysis of zirconium powder for  
electro-vacuum uses—

The methylene blue spectrophotometric method for  
determination of sulphur

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
电真空用锆粉化学分析方法  
次甲基蓝分光光度法测定硫量

YS/T 574.7—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3月第一版 2010年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-20422

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 574《电真空用锆粉化学分析方法》分为八个部分：

- YS/T 574.1 电真空用锆粉化学分析方法 重量法测定总锆及活性锆量；
- YS/T 574.2 电真空用锆粉化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量；
- YS/T 574.3 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量；
- YS/T 574.4 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量；
- YS/T 574.5 电真空用锆粉化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测钙、镁量；
- YS/T 574.6 电真空用锆粉化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝量；
- YS/T 574.7 电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝分光光度法测定硫量；
- YS/T 574.8 电真空用锆粉化学分析方法 惰性气氛加热热导法测定氢量。

本部分为 YS/T 574 的第 7 部分。

本部分代替 YS/T 574.7—2006《电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫》(原 GB/T 3256.7—1982)。

本部分与 YS/T 574.7—2006 相比主要变化如下：

- 补充了精密度与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。

本部分由西部金属材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中信锦州铁合金股份有限公司、西北有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：魏东、翟通德、安宝兰、王翠香、周金芝。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 574.7—2006。

## 电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝分光光度法测定硫量

### 1 范围

本部分规定了电真空用锆粉中硫量的测定方法。

本标准适用于电真空用锆粉中硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.100%。

### 2 方法原理

试料用混合熔剂焙烧,用水浸取,以氢碘酸-次磷酸钠为还原剂,在氮气流下加热蒸馏出硫化氢,用乙酸锌溶液吸收,加入 N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐溶液、三氯化铁溶液使其生成次甲基蓝,于分光光度计 680 nm 处测量其吸光度。

### 3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次去离子水。

- 3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL):优级纯。
- 3.2 盐酸(7+3)。
- 3.3 氮气(99.5%以上):如含氧需用除氧剂除氧。
- 3.4 混合熔剂:称取 1 g 无水碳酸钠、2 g 氧化镁、0.1 g 硝酸铵,在乳钵内磨细混匀。
- 3.5 氢氧化钾溶液(200 g/L)。
- 3.6 还原剂:取 500 mL 氢碘酸、125 mL 冰乙酸和 75 g 次磷酸钠,混匀。移入提纯蒸馏器中,通氮气加热至沸并保持微沸状态回流 4 h 以上。
- 3.7 吸收液:称取 50 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 和 12.5 g 乙酸钠 $[\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.8 N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐溶液(3 g/L):称取 1.5 g N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐,溶于 500 mL 盐酸(3.2)中。
- 3.9 三氯化铁溶液(50 g/L):称取 5 g 三氯化铁 $[\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ,加入 1 mL 盐酸(3.2),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.10 高锰酸钾-氯化汞溶液:称取 2 g 高锰酸钾和 5 g 氯化汞,分别用水溶解并稀释至 50 mL。将两种溶液混合均匀后使用。在使用中如发现褪色或出现沉淀应及时更换。
- 3.11 硫标准贮存溶液:称取 0.543 5 g 预先在 105 °C 烘干的硫酸钾溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 100  $\mu\text{g}$  硫。
- 3.12 硫标准溶液:移取 50.00 mL 硫标准溶液(3.11),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 10  $\mu\text{g}$  硫。

### 4 仪器

- 4.1 提纯蒸馏器(见图 1)。