



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12737—2008/ISO 6228:1980  
代替 GB/T 12737—1991

## 工业用化工产品中以硫酸根表示的痕量 硫化物测定的通用方法 还原和滴定法

Chemical products for industrial use—General method for  
determination of traces of sulphur compounds, as sulphate,  
by reduction and titrimetry

(ISO 6228:1980, IDT)

2008-04-01 发布

2008-09-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
工业用化工产品中以硫酸根表示的痕量  
硫化物测定的通用方法  
还原和滴定法

GB/T 12737—2008/ISO 6228:1980

\*

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 0.75 字数 17 千字  
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-31872

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

本标准等同采用国际标准 ISO 6228:1980(E)《工业用化工产品 以硫酸根表示的痕量硫化物测定的通用方法 还原和滴定法》。

本标准与国际标准 ISO 6228:1980(E)在技术内容上相同,但包含下述的编辑性修改:

- 用小数点“.”代替“,”;
- 用“本标准”代替“本国际标准”;
- 用“L”(升)代替“l”;
- 为明确操作,在 4.4 中将“该试剂”后加“(还原液)”;
- 将试剂中的浓度百分数( $m/m$ )改为质量分数。

本标准代替 GB/T 12737—1991《化工产品中痕量硫酸盐测定的通用方法 还原滴定法》。

本标准与 GB/T 12737—1991 相比,主要变化如下:

- 为尊重 ISO 原文,制备还原液时使用的氢碘酸的质量分数由大于 55%改为约 57%,浓盐酸改为 38%(本版 4.4,1991 年版 3.6);
- 删除了乙酸汞标准滴定溶液或硝酸汞标准滴定溶液浓度的计算公式(本版 4.4,1991 年版 3.6);
- 删除了硫酸盐(以  $SO_4$  计)含量的计算公式(本版 4.4,1991 年版 3.6);
- 调整了部分干扰离子的最大允许限量(本版附录 B,1991 年版附录 A);
- 删除了甲酸、草酸样品的前处理方法(本版附录 A,1991 年版附录 B);
- 删除了氢碘酸的提纯方法(1991 年版附录 C)。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

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无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:山东出入境检验检疫局、天津出入境检验检疫局、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘幽若、赵祖亮、刘绍从、陆思伟。

本标准于 1991 年首次发布。

## ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国国家标准化机构(ISO 成员团体)共同组织的世界性联合机构。国际标准的制定工作是由 ISO 各技术委员会进行的。每一成员团体都有权派代表参加其所关心课题的技术委员会。各政府性或非政府性的国际组织,凡与 ISO 有联系的,也都参加这项工作。

技术委员会通过的国际标准,在 ISO 理事会采纳为国际标准以前,先分发给各成员团体征求意见。国家标准 ISO 6228 是由 ISO/TC 47 化学委员会于 1978 年 11 月制定并分发给各成员。

本标准由以下国家成员同意:

澳大利亚	匈牙利	罗马尼亚
奥地利	印度	南非
比利时	意大利	瑞士
巴西	韩国	泰国
中国	荷兰	英国
捷克斯洛伐克	菲律宾	苏联
法国	波兰	南斯拉夫
德国	葡萄牙	

没有成员反对本标准。

本国际标准也被国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)认可。

# 工业用化工产品中以硫酸根表示的痕量 硫化物测定的通用方法 还原和滴定法

## 1 范围

本标准规定了工业用化工产品中以硫酸根表示的痕量硫化物测定的通用方法——还原和滴定法。

在可采用本方法的化工产品标准中应规定处理试料的方法,以使硫化物转变为硫酸盐,必要时可对通用操作步骤进行可能需要的任何改进。

## 2 应用范围

本方法适用于测定溶液中或在某些情况下直接测定的试料中硫酸根( $\text{SO}_4^{2-}$ )的含量范围为 $4.5\ \mu\text{g}\sim 450\ \mu\text{g}$ 。为进行测定而取的试验溶液中水的含量不应超过2 mL。试料中干扰元素含量不应超过容许限量,此限量按采用本方法的有关化工产品的标准中所作的规定。

产品中的硫化物应以硫酸根形式存在,对于含其他硫化物的样品应进行适当的预处理以得到含硫酸根的试液。

本方法预期的精密度为 $\pm 5\%$ 。

注:以盐酸代替还原溶液,可以在其他硫化物存在下测定硫化物(但非多硫化物)。

## 3 原理

如需要,先将试料中的硫化物转变成硫酸根,再在盐酸存在下使用碘氢酸和次磷酸(次磷酸)的混合物将硫酸根离子还原为硫化氢。用氮气流将硫化氢带出并用氢氧化钠的丙酮溶液吸收。以1,5-二苯基-3-硫代卡巴腓(双硫腓)为指示剂,用乙酸汞或硝酸汞标准滴定溶液滴定硫离子。

## 4 试剂

分析中,仅使用分析纯级试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

### 4.1 丙酮。

### 4.2 氮气,不含氧气。

### 4.3 氢氧化钠:40 g/L 溶液。

### 4.4 还原溶液:

在配有球形回流冷凝器的1 000 mL 磨口三口烧瓶中(如图1),在通氮气(4.2)的情况下,依次加入:

——100 mL  $\rho$ (密度)近1.71 g/mL,约57%质量分数的氢碘酸溶液;

——25 mL  $\rho$ (密度)近1.21 g/mL,约50%质量分数的次磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_2$ )溶液;

——100 mL  $\rho$ (密度)近1.19 g/mL,约38%质量分数的盐酸溶液。

装好回流冷凝器,慢慢将氮气(4.2)吹入混合物中,沸腾回流约4 h。

在保持氮气流下冷却到室温。

该试剂(还原液)置于带磨口玻璃塞的暗色玻璃瓶中避光保存,玻璃瓶需预先用氮气(4.2)吹除原来的空气而保持氮气气氛。

该溶液可稳定数星期。

注:该试剂(还原液)应在通风橱中制备,以排去释放的氯化氢。