

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2416—93

照相化学品

成色剂微量硫的测定

分子吸收分光光度法

1993-03-22 发布

1993-10-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

成色剂微量硫的测定 分子吸收分光光度法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以硼氢化钾还原亚甲基蓝分子吸收分光光度法测定成色剂微量硫的方法，包括试剂、仪器、测定步骤和结果计算等主要内容。

本标准适用于成色剂中能被硼氢化钾还原的微量硫的测定，检测范围为 14~200 mg/L (以 S 计)。

2 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则 (紫外和可见光部分)

3 方法原理

成色剂中的微量硫先用硼氢化钾还原为硫化物，硫化物与对氨基二甲基苯胺盐酸盐反应生成亚甲基蓝化合物，呈浅蓝色，用分光光度法测定。

4 试剂

本标准中所用杂质标准溶液、制剂及制品按 GB 602、GB 603 规定配制。

实验室用水应符合 GB 6682 中三级水的规格。

4.1 四氢呋喃：需蒸馏提纯，现用现提纯。

4.2 硼氢化钾溶液 (30 g/L)：称取约 1.5 g 硼氢化钾，用氢氧化钠溶液 (8 g/L) 溶解并稀释至 50 mL，摇匀。现用现配。

4.3 pH 缓冲溶液 (pH≈4.3)：称取约 1.0 g 碘化钾、20.0 g 溴化钾和 1.0 g 磷酸二氢钾 ($K_2H_2PO_4 \cdot 2H_2O$)，用水溶解并稀释至 1000 mL，摇匀。此液可保存一个月。

4.4 丙酮：分析纯。

4.5 氯化铁溶液 (30 g/L)：称取约 3 g 三氯化铁 ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)，用盐酸溶液 (1+1) 溶解并稀释至 100 mL，摇匀。

4.6 对氨基二甲基苯胺盐酸盐溶液 (10 g/L)：称取 1.0 g 对氨基二甲基苯胺盐酸盐，精确至 0.01 g，用盐酸溶液 (1+1) 溶解并稀释至 100 mL。(必要时，加活性炭进行脱色)。

5 仪器和装置

5.1 一般实验室仪器。

- 5.2 分析天平：感量为 0.1 mg。
 5.3 玻璃砂芯漏斗：G 5 或采用平均孔径为 2~5 μm 的过滤膜。
 5.4 分光光度计：符合 GB 9721 规定。

6 测定步骤

称取 1.0 g 试样，精确至 0.01 g，置于 50 mL 干燥具塞锥形瓶中，加入 5 mL 四氢呋喃 (4.1)，盖上瓶塞，摇动至样品完全溶解。用移液管加入 2.0 mL 硼氢化钾溶液 (4.2)，摇匀，如反应较激烈，可打开塞子释放产生的氢气。再加入 15 mL pH 缓冲溶液 (4.3)，依次迅速加入 1 mL 丙酮 (4.4)、1 mL 氯化铁溶液 (4.5) 和 1 mL 对氨基二甲苯胺盐酸盐溶液 (4.6)，充分振摇约 1 min，使反应完全。然后，静置 5 min，用砂芯漏斗 (5.3) 抽滤。其滤液于分光光度计波长 670 nm 处，以 pH 为 4.3 的缓冲溶液作参比，测定其吸光度。同时做空白试验。

根据测得的吸光度从工作曲线上查得相应的硫量，计算出成色剂中微量硫的百分含量。

7 工作曲线的绘制

分别吸取 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 的硫化物杂质标准溶液 (1 mL 溶液含有 5.0 μg 硫 (S))，于各自 50 mL 具塞锥形瓶中，以下同 6 测定步骤。最后，根据所测得的吸光度与已知含硫量绘制工作曲线。

8 结果计算

成色剂中硫含量 (X%) 按下式计算：

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

式中： m_1 ——由工作曲线上查得样品溶液的含硫量，μg；

m_0 ——由工作曲线上查得空白试剂溶液的含硫量，μg；

m ——样品的质量，g。

9 方法误差

9.1 精密度

同一样品测定不少于 7 次，其相对标准偏差不应大于 5%。

9.2 准确度

精确度以回收率表示，回收率应在 95~105% 范围内。

10 试验报告

试验报告中应该包括下列内容：

- 有关样品的全部资料：批号、日期、时间及地点，试验使用仪器型号；
- 分析结果和表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或自由选择的试验条件。

11 安全事项

硼氢化钾为二级遇水燃烧物品，且有腐蚀性，高浓度时会灼伤皮肤，应严格按有关操作规定使用，使用后应及时清洗仪器设备。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部感光材料技术开发中心归口。

本标准由厦门感光材料有限公司负责起草，化学工业部感光材料技术开发中心参加起草。

本标准主要起草人韩怡枫、吴红英、陈月华、蔡挺、丁培玲。



M **MACY** **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
照 相 化 学 品
成 色 剂 微 量 硫 的 测 定 分 子 吸 收 分 光 光 度 法
HG/T 2416—93

*
编 辑 化 工 行 业 标 准 编 辑 部
(化 工 部 标 准 化 研 究 所)
邮 政 编 码: 100013
印 刷 化 工 部 标 准 化 研 究 所
版 权 专 有 不 得 翻 印

*
开 本 880×1230 1/16 印 张 5/16 字 数 5 000
1993 年 6 月 第 一 版 1993 年 6 月 第 一 次 印 刷
印 数 1—300

*
工 本 费 1.90 元