ICS 77.120.99

CCS H 13

20××-××-××实施

20××-××-××发布

铋精矿化学分析方法

第7部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法

**Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—**

**-part 7: Determination of sulfur content**

**- The combustion neutralization titrimetric method**

（预审稿）

**YS/T 240.7—20XX**

中华人民共和国有色金属行业标准

1. YS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前  言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为YS/T 240《铋精矿化学分析方法》的第10部分。 YS/T 240已经发布了以下部分：

——第1部分：铋含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法和火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定 硅蓝分光光度法和重量法；

——第4部分：三氧化钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第5部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第7部分：硫含量的测定 燃烧-中和滴定法；

——第8部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和DDTC-Ag 分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：三氧化二铝含量的测定 铬天青S光度法和Na2EDTA滴定法；

——第11部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件代替YS/T 240.7-2007《铋精矿化学分析方法 硫含量的测定 燃烧-中和滴定法》。与YS/T240.7-2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了YS/T 240.7-2007标定氢氧化钠标准溶液的基准物质，使用硫酸铅基准物质代替邻苯二甲酸氢钾，与样品同步标定，计算氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数（见YS/T 240.7-2007 3.3.1.2）；
2. 更改了样品的称样量，将原方法的分段称样更改为统一称取0.100g样品（见3.3.1.1，YS/T 240.7-2007）；
3. 更改了了标准溶液的配制浓度，将称取2g氢氧化钠更改称取3g氢氧化钠（见6.2，YS/T 240.7-2007）；
4. 增加了测定前的准备工作的描述（见 6.1，YS/T 240.7-2007）。

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专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：水口山有色金属有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、株洲冶炼集团股份有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东省先导稀材股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、赣州有色冶金研究所、昆明冶金研究院有限公司、郴州和俊检测有限公司。

本文件主要起草人：罗永锋、谢四杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——1982年首次发布为GB/T 3258.10-1982；1994年第一次修订为YS/T 240.7-1994；2007年第二次修订为YS/T 240.7-2007；

——本次为第三次修订。

引  言

铋在自然界中主要以[硫化物](https://baike.so.com/doc/5029470-5255698.html%22%20%5Ct%20%22https%3A//baike.so.com/doc/_blank)的辉铋矿(Bi2S3)和氧化物氧化铋(Bi2O3)形式存在。中国铋资源储量居世界首位，中国的产量超过10,000吨，占全球产量70%以上。铋主要用于制造易熔[合金](https://baike.so.com/doc/46322-48418.html%22%20%5Ct%20%22https%3A//baike.so.com/doc/_blank)，最常用的是铋同铅、锡、锑、铟等金属组成的合金，是生产新型材料的重要原料。铋精矿是富集后得到的含量较高的产品，是冶炼金属铋的重要原料，此次铋精矿化学分析方法YS/T XXX的修订旨在通过实验研究建立一套满足产品需求的、完整的、切实可行的铋化学分析方法标准，拟由以下11部分组成。

——第1部分：铋含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法和火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定 硅蓝分光光度法和重量法；

——第4部分：三氧化钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第5部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第7部分：硫含量的测定 燃烧-中和滴定法；

——第8部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和DDTC-Ag 分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：三氧化二铝含量的测定 铬天青S光度法和Na2EDTA滴定法；

——第11部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件提供了一套科学、准确、快速、适用的测定铋精矿中硫含量的分析检测方法，对控制铋精矿中硫的含量，提升铋精矿质量，满足市场上铋精矿产品的质检要求供技术支撑。

铋精矿化学分析方法

 第7部分：硫含量的测定 燃烧中和滴定法

1. 范围

本文件规定了铋精矿中硫的测定方法。

本文件适用于铋精矿中硫含量的测定，测定范围为: 10.00%～40.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款，其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包含所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 　分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 　数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语及定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试样在高温管式电炉中燃烧生成硫的氧化物，经过氧化氢溶液吸收并氧化成硫酸，以甲基红-次甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠溶液滴定至溶液由紫色变为绿色为终点，由消耗的氢氧化钠标准溶液的量计算出样品中的硫含量。

1. 试剂和材料

除非另有说明，仅使用分析纯试剂和相当纯度的水（和符合GB/T 6682规定的二级水？）。

5.1氢氧化钠

5.2氧化铜

5.3硫酸（ρ=1.84g/mL）。

5.4硝酸(1+3)

5.5 高锰酸钾—氢氧化钠溶液：称取3.0g高锰酸钾溶于100ml水中，加入10g氢氧化钠(5.1)，搅拌溶解，装入洗气瓶中。

5.6 混合指示剂：次甲基蓝溶液（1.6g/L）和甲基红乙醇溶液（1.2g/L），使用前按等体积混合。

5.7过氧化氢吸收液（1+19）：限一周内使用。

5.8 硫酸铅基准试剂

 称取20g铅(≥99.99%)于500ml的烧杯中，加入30ml硝酸(5.4)溶解，待反应完全后过滤除去悬浮物，加入20ml硫酸(1+1)，沉降2h后用中速定量滤纸过滤，用蒸馏水洗至中性，在烘箱内烘干，放到瓷坩埚中，于马弗炉780℃灼烧1h，取出稍冷放入干燥器中。待冷却至室温后取出放入研钵中研磨，再放入马弗炉780℃灼烧1h，取出，放入干燥器冷却，备用。

注：也可以采用4N硫酸铅，经780℃灼烧1h放入干燥器中冷却，备用。

5.9 氢氧化钠标准滴定溶液（约0.075mol/L）。

5.9.1 配制：取3.0g氢氧化钠(5.2)放入1L的塑料筒中，用煮沸并冷却的蒸馏水溶解完全，定容至1L，混匀。

5.9.2 标定：准确称取0.4g硫酸铅基准试剂(5.7)于瓷舟中，按（8.5）步骤进行标定，记录消耗氢氧化钠的体积。按公式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数。

………………………………………（1）

式中：

*F*—氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数，单位为克每毫升（g/ml）；

 *m*—称取硫酸铅的质量，单位为克（g）；

 *V*l—标定时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

 *V*o—标定时滴定空白试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

0.1057—硫酸铅转化为硫的系数。

 取三份标定结果的平均值为滴定系数，三次标定结果的极差值应不大于0.000010g/ml。否则，重新标定。

6 仪器

6.1 高温管式电炉：最高温度1350℃，常用温度1250℃。

6.2 硫测定装置：示意图参见附录B。

5.8 瓷舟：77mm或88mm

7 样品

7.1 样品应通过0.100 mm孔筛。

7.2 样品预先在105℃±5℃烘1h，置于干燥器中冷至室温。

8 试验步骤

8.1试料

称取0.100g样品（7），精确至0.0001g，均匀平铺于瓷舟中，在样品表面均匀的覆盖少量（不大于0.3g）氧化铜。

8.2平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定前准备

8.4.1 接通电源，分2～3次逐渐加大电流升温至1250℃。

8.4.2 将瓷管移至炉膛中间灼烧至各部分至无气体逸出，按规定位置固定。

8.4.3 在150 mL的吸收管内各加入30 mL的过氧化氢吸收液，接好全部装置后在通气的条件下，检查装置的气密性(当关闭进气端时吸收瓶内应无气泡产生)，如发现漏气，应调至不漏气为止。

8.5测定

8.5.1向硫测定装置中各加入约30 mL过氧化氢吸收液（5.5）(浸没吸收管1/3），塞紧胶塞。打开真空泵，用氢氧化钠标准滴定溶液（5.9）滴定至过氧化氢吸收液由蓝紫色刚好变为绿色。

8.5.2 用镍铬丝钩将盛有试料（7）的燃烧瓷舟迅速推入锥形瓷管的温度最高处，立即塞紧胶塞，打开真空泵，调整好氧气的流量在0.8 L/min～1.5 L/min之间，吸收5min后，用氢氧化钠标准滴定溶液（5.8）滴定至过氧化氢吸收液由蓝紫色刚好变为绿色。

8.5.2加大空气的流量至1.5 L/min～2.0 L/min，冲洗管路，如吸收液变为蓝紫色，继续滴定至过氧化氢吸收液（5.5）呈稳定绿色为终点，否则重复此操作直至吸收液不褪色为止（保持1min不褪色）。

注：测定前瓷管须在1200 ℃～1250 ℃充分灼烧，并预烧2个～3个废样后方可进行测试。

**9 试验数据处理**

按公式(2)计算硫的质量分数*w*s：

………………………………（2）

式中：

*F*—氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数，单位为克每毫升（g/mL）；

 *V*2—测定时滴定试料溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

 *V*o—测定时滴定空白试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

 *m*0—试料的质量，单位为克（g）。

 计算结果保留二位小数。

10精密度

10.1重复性

精密度数据是在2023年由11家实验室对S含量5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个水平的硫含量在重复性条件下有的实验室独立测定7次～11次，测量的原始数据见表A.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ws*/% | 12.15  | 20.04 | 23.04 | 27.68 | 33.46 |
| *rs*/% | 0.28  | 0.30 | 0.33 | 0.41 | 0.43 |

10.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*） ，超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表4再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ws*/% | 12.15  | 20.04 | 23.04 | 27.68 | 33.46 |
| *Rs*/% | 0.36  | 0.38 | 0.42 | 0.51 | 0.59 |

11试验报告

试验报告所包括以下内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

燃烧中和滴定法精密度试验原始数据

精密度数据是在2023年由11家试验室对铋精矿含硫量的5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的硫量在重复性条件下独立测定7次～11次。测量原始数据见表A.1：

 表A.1 燃烧中和滴定法测定硫量精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室1 | 11.97 | 20.18 | 22.99 | 27.92 | 33.61 |
| 12.18 | 20.31 | 23.06 | 27.63 | 33.47 |
| 12.02 | 20.01 | 22.92 | 27.82 | 33.45 |
| 12.23 | 20.22 | 23.02 | 27.59 | 33.54 |
| 12.16 | 20.26 | 23.19 | 27.62 | 33.36 |
| 12.22 | 20.08 | 23.11 | 27.58 | 33.55 |
| 11.99 | 20.21 | 23.27 | 27.58 | 33.61 |
| 12.01 | 20.14 | 22.97 | 27.89 | 33.51 |
| 12.08 | 20.1 | 23.17 | 27.92 | 33.45 |
| 12.19 | 20 | 23.18 | 27.79 | 33.78 |
| 11.99 | 20.11 | 23.19 | 27.87 | 33.60 |
| 平均值 | 12.09 | 20.14 | 23.10 | 27.75 | 33.54 |
| 标准偏差 | 0.10 | 0.10 | 0.11 | 0.15 | 0.11 |
| 相对标准偏差/% | 0.85 | 0.49 | 0.49 | 0.53 | 0.33 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室2 | 12.07 | 19.84 | 22.86 | 27.74 | 33.29 |
| 12.06 | 20.04 | 22.83 | 27.67 | 33.44 |
| 12.03 | 20.1 | 22.89 | 27.71 | 33.57 |
| 12.03 | 19.8 | 22.88 | 27.65 | 33.26 |
| 12.07 | 19.82 | 22.93 | 27.61 | 33.31 |
| 12.1 | 19.92 | 22.91 | 27.56 | 33.31 |
| 12.09 | 19.87 | 22.98 | 27.69 | 33.39 |
| 平均值 | 12.06 | 19.91 | 22.90 | 27.66 | 33.37 |
| 标准偏差 | 0.05 | 0.12 | 0.05 | 0.06 | 0.11 |
| 相对标准偏差/% | 0.23 | 0.58 | 0.22 | 0.22 | 0.33 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室3 | 12.27 | 19.87 | 22.99 | 27.76 | 33.41 |
| 12.37 | 20.06 | 22.99 | 27.66 | 33.31 |
| 12.18 | 19.67 | 22.80 | 27.56 | 33.12 |
| 12.18 | 19.97 | 22.90 | 27.86 | 33.12 |
| 12.27 | 20.16 | 22.80 | 27.76 | 33.02 |
| 12.37 | 19.87 | 22.90 | 27.66 | 33.21 |
| 12.27 | 20.06 | 23.09 | 27.86 | 33.21 |
| 12.37 | 19.77 | 22.90 | 27.66 | 33.31 |
| 12.08 | 19.97 | 22.80 | 27.86 | 33.41 |
| 平均值 | 12.26 | 19.93 | 22.91 | 27.74 | 33.24 |
| 标准偏差 | 0.10 | 0.15 | 0.10 | 0.11 | 0.14 |
| 相对标准偏差/% | 0.82 | 0.77 | 0.44 | 0.39 | .041 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室4 | 12.05 | 20.10 | 22.99 | 27.61 | 33.55 |
| 12.28 | 19.87 | 22.92 | 27.49 | 33.26 |
| 11.92 | 20.19 | 23.15 | 27.74 | 33.68 |
| 12.13 | 19.96 | 23.29 | 27.83 | 33.39 |
| 12.24 | 20.15 | 23.05 | 27.51 | 33.47 |
| 12.19 | 20.07 | 23.27 | 27.47 | 33.56 |
| 12.25 | 20.14 | 23.35 | 27.4 | 33.64 |
| 平均值 | 12.15 | 20.07 | 23.15 | 27.58 | 33.51 |
| 标准偏差 | 0.13 | 0.11 | 0.16 | 0.16 | 0.15 |
| 相对标准偏差/% | 1.06 | 0.57 | 0.71 | 0.57 | 0.44 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室5 | 11.95 | 19.98 | 22.94 | 27.62 | 33.42 |
| 11.97 | 19.89 | 23.07 | 27.66 | 33.85 |
| 11.97 | 19.97 | 22.94 | 27.78 | 33.48 |
| 12.01 | 20.05 | 23.12 | 27.94 | 33.67 |
| 11.96 | 20 | 23.2 | 27.71 | 33.69 |
| 11.97 | 20.1 | 22.96 | 27.69 | 33.76 |
| 11.98 | 20.12 | 23.1 | 27.88 | 33.69 |
| 11.96 | 20.2 | 22.96 | 27.91 | 33.65 |
| 11.96 | 20.16 | 23.15 | 27.62 | 33.62 |
| 12.02 | 20.18 | 23.25 | 27.75 | 33.51 |
| 11.98 | 20.05 | 22.96 | 27.83 | 33.64 |
| 平均值 | 11.98 | 20.06 | 23.06 | 27.76 | 33.63 |
| 标准偏差 | 0.03 | 0.10 | 0.12 | 0.11 | 0.13 |
| 相对标准偏差/% | 0.18 | 0.49 | 0.49 | 0.41 | 0.38 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室6 | 12.03 | 20.01 | 23.13 | 27.95 | 33.72 |
| 12.16 | 20.17 | 23.18 | 27.84 | 33.59 |
| 12.08 | 20.07 | 22.99 | 27.74 | 33.75 |
| 12.01 | 20.19 | 23.04 | 27.8 | 33.58 |
| 12.09 | 20.16 | 23.24 | 27.74 | 33.62 |
| 12.02 | 20.07 | 23.12 | 27.71 | 33.65 |
| 12.17 | 20.13 | 23.06 | 27.87 | 33.78 |
| 12.04 | 20.09 | 23.09 | 27.7 | 33.71 |
| 12.14 | 20.15 | 23.17 | 27.73 | 33.55 |
| 12.03 | 20.11 | 23.09 | 27.88 | 33.62 |
| 12.01 | 20.11 | 23.07 | 27.74 | 33.82 |
| 平均值 | 12.07 | 20.11 | 23.11 | 27.79 | 33.67 |
| 标准偏差 | 0.07 | 0.05 | 0.07 | 0.09 | 0.09 |
| 相对标准偏差/% | 0.51 | 0.26 | 0.31 | 0.30 | 0.27 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室7 | 12.01 | 20.02 | 23.01 | 27.81 | 33.38 |
| 12.19 | 20.24 | 23.24 | 27.61 | 33.51 |
| 11.98 | 20.06 | 22.95 | 27.68 | 33.79 |
| 12.11 | 20.25 | 23.05 | 27.91 | 33.51 |
| 12.22 | 20.31 | 23.28 | 27.79 | 33.48 |
| 12.02 | 20.14 | 23.06 | 27.64 | 33.39 |
| 12.18 | 20.31 | 23.19 | 27.78 | 33.84 |
| 11.99 | 20.06 | 23.24 | 27.63 | 33.62 |
| 12.22 | 20.21 | 23.01 | 27.76 | 33.37 |
| 12.16 | 20.06 | 23.19 | 27.56 | 33.46 |
| 12.01 | 20.19 | 23.28 | 27.71 | 33.78 |
| 平均值 | 12.10 | 20.17 | 23.14 | 27.72 | 33.56 |
| 标准偏差 | 0.10 | 0.11 | 0.12 | 0.11 | 0.17 |
| 相对标准偏差/% | 0.81 | 0.53 | 0.53 | 0.38 | 0.52 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室8 | 13.73 | 19.98 | 22.91 | 27.79 | 33.49 |
| 13.88 | 19.97 | 23.03 | 27.47 | 33.31 |
| 13.54 | 20.13 | 22.86 | 27.56 | 32.94 |
| 13.94 | 19.69 | 22.94 | 27.46 | 33.5 |
| 13.47 | 20.26 | 23.33 | 27.23 | 33.91 |
| 13.59 | 20.09 | 23.41 | 27.54 | 33.21 |
| 13.31 | 20.1 | 22.87 | 27.94 | 33.61 |
| 13.49 | 19.89 | 23.01 | 27.59 | 33.26 |
| 13.71 | 20.03 | - | 27.61 | 33.19 |
| 13.31 | 19.87 | - | 27.57 | 33.34 |
| 13.49 | - | - | 27.63 | 33.51 |
| 13.71 | - | - | - | - |
| 13.52 | - | - | - | - |
| 13.64 | - | - | - | - |
| 平均值 | 13.59 | 20.01 | 23.04 | 27.58 | 33.38 |
| 标准偏差 | 0.19 | 0.16 | 0.21 | 0.19 | 0.27 |
| 相对标准偏差/% | 1.38 | 0.80 | 0.91 | 0.69 | 0.80 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室9 | 12.36 | 19.32 | 22.48 | 27.56 | 33.1 |
| 12.23 | 19.21 | 22.29 | 27.46 | 33.16 |
| 12.35 | 19.17 | 22.35 | 27.59 | 33.18 |
| 12.25 | 19.16 | 22.56 | 27.48 | 33.19 |
| 12.37 | 19.26 | 22.47 | 27.4 | 33.02 |
| 12.29 | 19.17 | 22.35 | 27.59 | 33.13 |
| 12.29 | 19.12 | 22.42 | 27.5 | 33.17 |
| 12.36 | 19.07 | 22.31 | 27.52 | 33.25 |
| 12.32 | 19.25 | 22.4 | 27.38 | 33.29 |
| 12.28 |  | - | - | - |
| 平均值 | 12.31 | 19.19 | 22.40 | 27.50 | 33.19 |
| 标准偏差 | 0.05 | 0.08 | 0.09 | 0.08 | 0.08 |
| 相对标准偏差/% | 0.40 | 0.40 | 0.39 | 0.28 | 0.24 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室10 | 12.3 | 19.43 | 22.25 | 27.2 | 33.46 |
| 12.33 | 19.44 | 22.43 | 27.23 | 33.41 |
| 12.37 | 19.41 | 22.27 | 27.21 | 33.66 |
| 12.24 | 19.46 | 22.33 | 27.36 | 33.43 |
| 12.17 | 19.4 | 22.23 | 27.14 | 33.5 |
| 12.38 | 19.59 | 22.3 | 27.28 | 33.45 |
| 12.21 | 19.51 | 22.5 | 27.22 | 33.69 |
| 平均值 | 12.29 | 19.46 | 22.33 | 27.23 | 33.51 |
| 标准偏差 | 0.08 | 0.07 | 0.10 | 0.70 | 0.11 |
| 相对标准偏差/% | 0.66 | 0.34 | 0.45 | 0.26 | 0.34 |
| 实验室 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 实验室11 | 12.31 | 19.88 | 22.9 | 27.59 | 33.47 |
| 12.33 | 19.85 | 22.81 | 27.69 | 33.41 |
| 12.19 | 19.75 | 22.89 | 27.71 | 33.39 |
| 12.26 | 19.81 | 22.78 | 27.73 | 33.35 |
| 12.26 | 19.76 | 22.85 | 27.76 | 33.48 |
| 12.24 | 19.69 | 22.84 | 27.75 | 33.46 |
| 12.05 | 19.77 | 22.73 | 27.68 | 33.40 |
| 平均值 | 12.23 | 19.79 | 22.83 | 27.70 | 33.42 |
| 标准偏差 | 0.09 | 0.07 | 0.06 | 0.70 | 0.05 |
| 相对标准偏差/% | 0.76 | 0.33 | 0.26 | 0.21 | 0.14 |

注：“\*”为歧离值，“#”为可疑值。

附 录 B

（资料性）

硫测定装置

硫测定装置的示意图见图A.1。

硫测定装置的示意图



标引序号说明:

1. -碱液洗瓶(内装高锰酸钾-氧氧化钠溶液，液面高约1/3瓶高);
2. --酸液洗瓶(内装硫酸，液面高约1/3高);
3. --干燥塔(内装变色硅胶);
4. -转子流量计;
5. --燃烧管;
6. -可控硅温度自动控制仪(0℃~1350℃）
7. --铂铑热电偶;
8. -60mL直筒形分液漏斗;
9. --弹簧夹;
10. -真空泵;
11. --缓冲瓶;
12. --废波瓶;

13--三通玻璃活塞;

14--3号弯形气体扩散管;

15--50ml.械式滴定管;

16--瓷舟;

17--管式燃烧炉;

18--六孔气体扩散管;

19--气体吸收服:

20--蒸馏水瓶;

21--氢氧化钠标准溶液瓶。