

中华人民共和国国家标准

钼铁化学分析方法
燃烧碘酸钾滴定法测定硫量UDC 669.15'28
:543.062

GB 5059.10—88

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The combustion-potassium iodate titration method for the
determination of sulfur content

本标准适用于钼铁中硫量的测定。测定范围:0.015%~0.250%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样在氧气流中燃烧,将硫全部氧化为二氧化硫,吸收于盐酸吸收液中,用含有碘化钾的淀粉溶液作指示剂,用碘酸钾标准溶液滴定。

2 试剂及材料

本标准中所用水均为煮沸驱尽二氧化碳并已冷却的蒸馏水。

- 2.1 氧气:纯度大于 99.5%。
- 2.2 高温燃烧管: $\phi \times L$, mm:20~24×600。
- 2.3 瓷舟:预先在 1400℃ 的高温燃烧管中通氧灼烧 5 min,冷却备用。
- 2.4 高纯铁:粉状,硫量小于 0.0010%。
- 2.5 五氧化二钒:粉状,硫量小于 0.0010%。
- 2.6 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。
- 2.7 碱石灰或氢氧化钠(粒状)。
- 2.8 铬酸饱和硫酸:于硫酸(ρ 1.84 g/mL)中加入重铬酸钾或铬酸酐使其饱和,使用其上部澄清溶液。
- 2.9 淀粉溶液:称取 1.0 g 可溶性淀粉于 300 mL 烧杯中,加入约 5 mL 水,调匀。加入约 50 mL 沸水,不断搅拌,于电炉上煮沸约 1 min,取下冷却。另取 1.5 g 碘化钾溶解于 10 mL 水中,将此溶液加入淀粉溶液中,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 2.10 吸收液或参比液:移取 60 mL 盐酸(1.5+98.5),加入 2 mL 淀粉溶液(2.9)、2~3 滴碘酸钾标准溶液(2.11),使溶液呈淡蓝色。此溶液使用时配制二瓶,其中一瓶测定时用作吸收液,另一瓶用作判断滴定终点的参比液。
- 2.11 碘酸钾标准溶液
 - 2.11.1 配制

称取 0.2225 g 碘酸钾基准试剂、1 g 碘化钾和 0.10 g 氢氧化钠溶解于水中,并稀释至 1000 mL,混匀。
 - 2.11.2 标定

称取 0.5000 g 与试样组成类似的已知硫含量的标准试样按 5.3 进行。
 - 2.11.3 空白试验

将预先盛有 1 g 高纯铁 (2.4)、0.25 g 五氧化二钒 (2.5) 的瓷舟 (2.3) 按 5.3 进行空白试验,测定数次取其平均值。

按公式(1)计算碘酸钾标准溶液对硫的滴定度:

$$T = \frac{m \cdot S}{(V_1 - V_0) \times 100} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中: T —— 碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/mL;
 m —— 试样量, g;
 S —— 标准试样的硫含量, %;
 V_1 —— 滴定标准试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;
 V_0 —— 滴定空白试验所消耗的碘酸钾标准溶液的体积, mL。

3 仪器及装置

3.1 定硫装置见图 1:

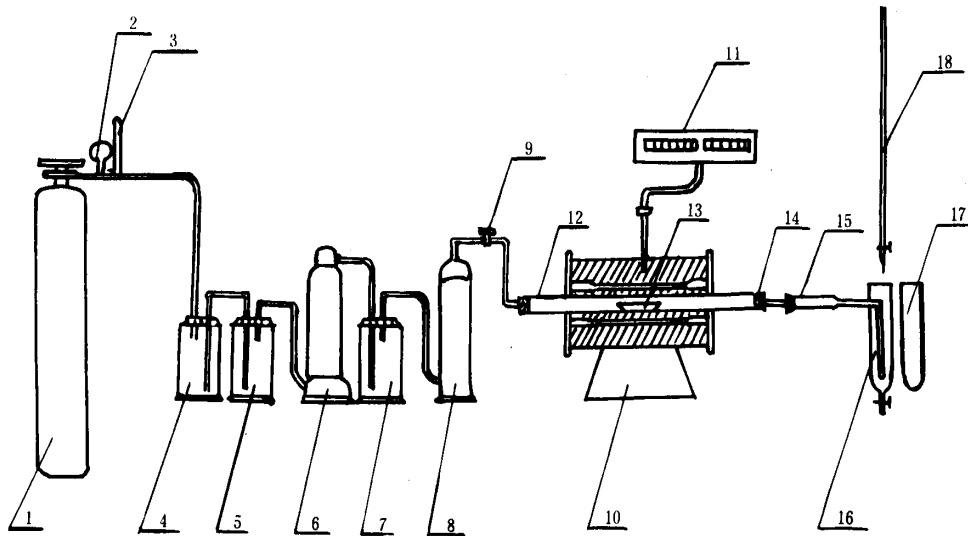


图 1

1—氧气瓶; 2—氧气压力表; 3—流量计; 4—缓冲瓶; 5—洗气瓶, 内盛铬酸饱和和硫酸; 6—干燥塔, 内盛碱石灰或氢氧化钠(粒状); 7—洗气瓶, 内盛硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$); 8—干燥塔, 内盛硅胶、活性氧化铝; 9—两通活塞; 10—高温燃烧炉(长约 300 mm); 11—自动温度控制器(附热电偶), 控制炉温在 1400~1450 °C; 12—高温燃烧管; 13—瓷舟; 14—硅胶塞; 15—干燥管(内盛脱脂棉); 16—吸收瓶(不带浮珠); 17—参比液; 18—微量滴定管

3.2 吸收瓶见图 2:

GB 5059.10—88

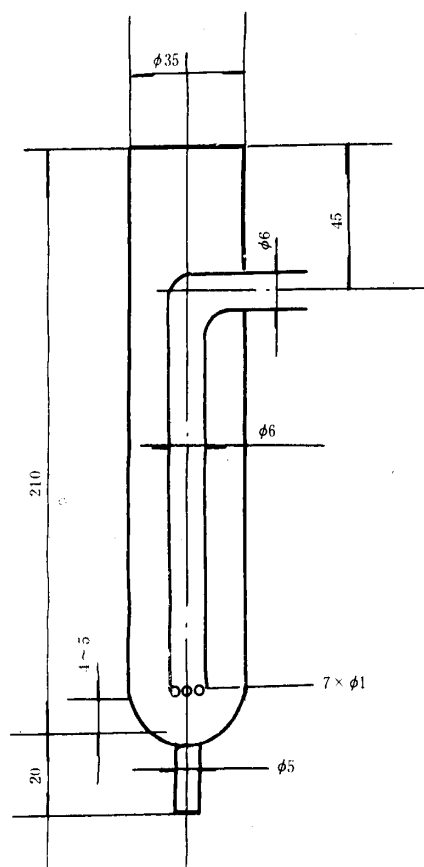


图 2

4 试样

试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.500 0 g 试样。

5.2 空白试验

按 2.11.3 进行空白试验。

5.3 测定

5.3.1 连接定硫装置各部分,并检查气密性,加热高温燃烧管(12)使管内温度升至 1 400~1 450 ℃。移取 40 mL 吸收液(2.10)于吸收瓶(16)中。

5.3.2 将试样(5.1)移入预先盛有 1 g 高纯铁(2.4)的瓷舟(2.3)中,再覆盖 0.25 g 五氧化二钒(2.5),推入高温燃烧管(12)中心高温部位,塞紧硅胶塞(14)(特别注意密封),缓缓通入氧气使吸收液不回流。

5.3.3 以约 600 mL/min 的流量通入氧气使试样燃烧,将发生的二氧化硫导入吸收瓶(16)中,边对照参比液(2.10),边用碘酸钾标准溶液(2.11.2)滴定至试液与参比液的淡蓝色相同为终点。然后以 900~1 000 mL/min 的氧气流量由两通活塞(9)控制间歇通氧 3 min,如吸收液褪色,则继续以碘酸钾标准溶液(2.11.2)滴定至终点。

GB 5059.10—88

6 分析结果的计算

按公式(2)计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{(V_2 - V_0) \times T}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_2 —— 滴定试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

V_0 —— 滴定空白试验所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

T —— 碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/mL;

m_0 —— 试样量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

硫 量	允许差
0.015~0.025	0.003
>0.025~0.045	0.004
>0.045~0.070	0.006
>0.070~0.120	0.008
>0.120~0.250	0.012

附加说明:

本标准由湖南铁合金厂起草。

本标准主要起草人张玉兰、尹大建。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 580—65《钼铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 5059.10—88 I