

中华人民共和国国家标准

铌铁化学分析方法

燃烧碘量法测定硫量

UDC 669.15'293
:543.062:546
.22
GB 3654.6-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium
The combustion-iodate volumetric method for
the determination of sulfur content

本标准适用于铌铁中硫量的测定。测定范围：0.035~0.090%。

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

试样于1300℃的高温炉中加热并通氧燃烧，使硫氧化成二氧化硫，被淀粉溶液吸收后，以碘酸钾标准溶液滴定至浅蓝色为终点。

2 试剂

2.1 五氧化二钒。

2.2 硫酸铅和五氧化二钒混合物

称取0.0378g硫酸铅、9.9622g五氧化二钒，置于玛瑙乳钵中，充分研磨，使硫酸铅和五氧化二钒混匀。

2.3 淀粉溶液

称取10g可溶性淀粉，用少量水调成糊状，加入500ml沸水，搅匀，加热煮沸，取下，加入500ml水、10滴盐酸（比重1.19），搅拌均匀后静置澄清。使用时取25ml上面澄清液，加15ml盐酸（比重1.19），以水稀释至1000ml，混匀。

2.4 碘酸钾标准溶液

称取0.3567g碘酸钾溶于水后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

移取200ml碘酸钾，置于1000ml容量瓶中，加入1g碘化钾，待其溶解后，以水稀释至刻度，混匀。

碘酸钾标准溶液的标定：称取0.5000g硫酸铅和五氧化二钒混合物（2.2），置于瓷舟中，以下按4.2.2款进行。根据所消耗碘酸钾标准溶液的体积，计算碘酸钾标准溶液的滴定度。

$$T = \frac{m \times 0.1055}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T —— 碘酸钾标准溶液相当于硫的滴定度，g/ml；

m —— 称取硫酸铅的量，g；

0.1055 —— 硫酸铅换算成硫的换算因数；

V —— 标定时消耗碘酸钾标准溶液的量，ml。

3 仪器

3.1 定硫装置（见图1）。

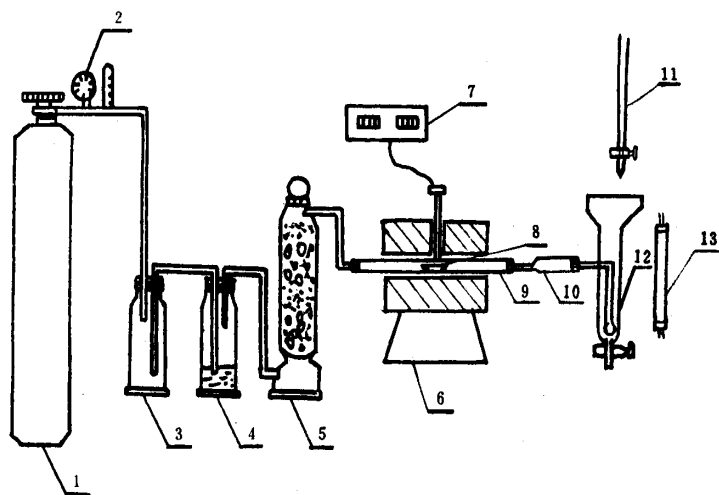


图 1

1—氧气瓶；2—氧气表；3—缓冲瓶；4—洗气瓶（内装浓硫酸，其量约为瓶高度的三分之一）；5—干燥塔（底部铺以玻璃棉，装无水氯化钙，隔以玻璃棉，上层装以碱石棉后再铺以玻璃棉）；6—管式炉；7—自动控温器（附热电偶）；8—瓷舟（88或77 mm，用前应在1300℃管式炉中通氧燃烧1~2 min并于氧气氛中冷却，贮于未涂油脂的干燥器内备用）；9—普通高铝瓷管（600×25×23 mm，使用前先检查是否漏气，然后逐段灼烧）；10—球形干燥管（内装干燥脱脂棉）；11—滴定管；12—吸收杯（见图2）；13—8 W日光灯

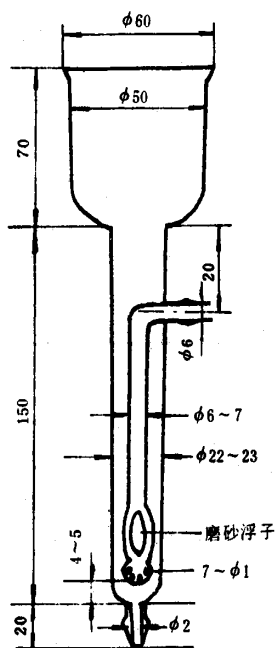


图 2

4 分析步骤

4.1 分析前的准备

4.1.1 将炉温升至1300℃。检查定硫装置是否严密不漏气,并应称取两份非标准试样,按4.2.2至4.2.3款进行。

4.1.2 淀粉吸收液的准备:于吸收杯中,加入约30ml淀粉溶液(2.3),通氧气(流量2500~3000 ml/min),用碘酸钾标准溶液(2.4)滴定至浅蓝色不退,作为空白终点的色泽,关闭氧气。

4.2 试样分析

4.2.1 称取0.5000g试样。

4.2.2 将试样量置于瓷舟中,加入约1g五氧化二钒(2.1),启开橡皮塞,将瓷舟放入瓷管内,用长钩推至高温处,立即塞紧橡皮塞,预热30s,随即通氧气(流量2500~3000ml/min),燃烧后的混合气体导入吸收杯中,使淀粉吸收液蓝色开始消退,立即用碘酸钾标准溶液(2.4)滴定,并使液面保持蓝色,当吸收液褪色缓慢时,滴定速度也相应变慢,直至吸收液的色泽与原来的空白终点色泽相同,间歇通氧后,色泽不变即为终点,关闭氧气,打开橡皮塞,用长钩拉出瓷舟。

4.2.3 根据测定时所消耗碘酸钾标准溶液的体积,计算试样中硫的百分含量。

5 分析结果计算

按下式计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{T \times V_1}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

式中: T —— 标定后碘酸钾标准溶液相当于硫的滴定度, g/ml;

V_1 —— 测定时所消耗碘酸钾标准溶液体积, ml;

m_1 —— 试样量, g。

6 允许差

分析结果的极差值应不大于下表所列允许差。

%	
硫 含 量	允许差
0.035~0.050	0.006
>0.050~0.090	0.009

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

本标准由本溪钢铁公司起草。

本标准主要起草人王秉祥。