

明矾石矿石全硫量的测定
硫酸钡重量法

Alunite ores—Determination of total sulphur content
—Barium sulphate gravimetric method

UDC 549.762:543
.21:546.22

GB 4581.8—84

调整为: HG/T 2957.8-1984

1 适用范围

本标准规定用硫酸钡重量法测定明矾石矿石中5.00~30.00%的全硫量。

2 有关标准

GB 4581.1—84《明矾石矿石分析方法通则》。

GB 4581.2—84《明矾石矿石分析试样采取和制备方法》。

3 方法提要

试样经过氧化钠—碳酸钠熔融, 硫化物、元素硫及硫酸盐全部转变为可溶性硫酸盐, 水浸取后, 在酸性介质中用氯化钡进行沉淀, 灼烧, 称重。计算全硫量。

4 试剂和溶液

- 4.1 无水碳酸钠 (GB 639—77)。
- 4.2 碳酸钠: 1 %。
- 4.3 过氧化钠。
- 4.4 过氧化钠—碳酸钠混合熔剂: 3 + 1 (混均后贮存于干燥器中)。
- 4.5 盐酸 (GB 622—77) (比重1.19): 1 + 1。
- 4.6 盐酸: 1 + 100。
- 4.7 甲基橙 (HGB 3089—59): 0.1 %。
- 4.8 无水乙醇 (GB 678—78)。
- 4.9 硝酸银 (GB 670—77): 1 %的0.5 N硝酸溶液。
- 4.10 氯化钡 (GB 652—78): 5 % (使用前过滤)。

5 测定手续

称取0.4克试样于刚玉坩埚中, 加入3克混合熔剂 (4.4), 混匀后, 再覆盖1克熔剂 (4.4), 置于马弗炉内, 从低温升至600~650℃, 熔融6~10分钟, 取出冷却, 放入250毫升烧杯中, 加热水100毫升, 盖上表面皿, 加热浸出熔块, 用热水洗出坩埚〔如溶液呈绿色, 可加几滴无水乙醇 (4.8)〕。将烧杯放在电热板上, 煮沸片刻, 待大部分沉淀沉降后, 用中速滤纸过滤。滤液用400毫升烧杯承接。用碳酸钠的热溶液 (4.2) 洗烧杯4~5次, 沉淀10次以上。

往滤液中加甲基橙指示剂溶液 (4.7) 1~2滴, 半盖表面皿, 用盐酸溶液 (4.5) 快速中和至溶液刚变红色, 再过量4毫升。用水稀释至300毫升左右。将溶液煮沸1~2分钟, 取下。在不断搅拌下, 滴加热的氯化钡溶液 (4.10) 10~12毫升。保温2小时, 取下陈化3~4小时或静置过夜。用致密定量滤

纸过滤，用盐酸溶液（4.6）洗涤沉淀 2 次并将沉淀转移至漏斗中，再用温水洗至无氯离子〔用硝酸银溶液（4.9）检查〕。

将沉淀连同滤纸一起置于已恒重的瓷坩埚中。烘干灰化后，置于马弗炉内于 800℃ 灼烧 1 小时，取出冷却称重，再灼烧至恒重。

6 结果的表示和计算

全硫量（ SO_3 ）的百分含量（ X_8 ）按下列公式计算：

$$X_8 = \frac{(G_1 - G_2) \times 0.3430}{W} \times 100$$

式中： G_1 ——灼烧后沉淀和瓷坩埚的重量，克；

G_2 ——瓷坩埚的重量，克；

W ——试样重量，克。

7 容许差

全硫含量，%	容许差（绝对值），%
5.00～10.00	0.15
10.01～20.00	0.20
20.01～30.00	0.25

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人程懋梅。

自本标准实施之日起，原化学工业部标准 HG 1—353—66《明矾石统一分析方法》作废。