

中华人民共和国国家标准

# 铁矿石化学分析方法

## 硫酸钡重量法测定硫量

Methods for chemical analysis of iron ores  
The barium sulfate gravimetric method for  
the determination of sulfur content

UDC 622.341.1  
:543.06

GB 6730.16—86

代替 GB 1368—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硫量的测定。测定范围：0.300～5.00%。  
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

试样以过氧化钠-碳酸钠混合熔剂熔融，水浸取，过滤除去氢氧化物、碳酸盐等沉淀。在稀盐酸溶液中，加入氯化钡，使硫酸根定量生成硫酸钡沉淀。灼烧，称量硫酸钡，计算硫的含量。

铬、锡和磷的干扰，分别用过氧化氢、柠檬酸和碳酸钙消除。

### 2 试剂

- 2.1 过氧化钠-碳酸钠混合熔剂：三份过氧化钠与一份无水碳酸钠混匀。
- 2.2 碳酸钙。
- 2.3 氢氟酸 ( $\rho$  1.15g/ml)。
- 2.4 盐酸 ( $\rho$  1.19g/ml)。
- 2.5 盐酸 (1 + 1)。
- 2.6 硫酸 (1 + 1)。
- 2.7 过氧化氢 (30%)。
- 2.8 乙醇 (无水)。
- 2.9 柠檬酸溶液 (50%)。
- 2.10 碳酸钠溶液 (2%)。
- 2.11 硝酸银溶液 (1%)。
- 2.12 氢氧化钠溶液 (25%)。
- 2.13 甲基橙溶液 (0.1%)。
- 2.14 氯化钡溶液 (10%)：称取100 g氯化钡溶于适量水中，过滤后用水稀释至1000ml，混匀。
- 2.15 氯化钡-盐酸洗液：称取1 g氯化钡，用适量盐酸 (1 + 99) 溶解，过滤后用盐酸 (1 + 99) 稀释至1000ml，混匀。

### 3 试样

- 3.1 一般试样粒度应小于100  $\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160  $\mu\text{m}$ 。
- 3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

## 4 分析步骤

### 4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行 2 ~ 4 次测定。

### 4.2 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

| 硫量, %        | 试样量, g | 混合熔剂量, g |
|--------------|--------|----------|
| 0.300 ~ 2.00 | 1.0000 | 8.0      |
| >2.00 ~ 4.00 | 0.5000 | 4.0      |
| >4.00 ~ 5.00 | 0.2500 | 4.0      |

### 4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

### 4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

### 4.5 测定

**4.5.1** 将试样（4.2）置于 30ml 刚玉坩埚中，按表 1 加入混合熔剂（2.1）和 0.4g 碳酸钙（2.2）；如试样中磷量低于 0.1%，可不加碳酸钙，混匀。再覆盖 2g 混合熔剂（2.1）。

先低温再在 700 ~ 750℃ 熔融 10 ~ 15min，取出摇动，冷却，置于 400 ml 烧杯中。从杯嘴加入 100 ml 热水浸取，待反应停止后，用热水和少量盐酸（2.5）洗出坩埚。

#### 4.5.2 分离

溶液〔如呈绿色或紫色时，可加少许乙醇（2.8）〕煮沸 3 ~ 4 min（防止溅失）。取下，静置，待大部分沉淀沉降后，趁热用中速滤纸过滤，沉淀尽可能留在原烧杯中，滤液收集于 500 ml 烧杯中，加入 50 ml 热的碳酸钠溶液（2.10），煮沸（防止溅失），用原滤纸过滤，用热的碳酸钠溶液（2.10）洗涤烧杯 4 ~ 5 次，洗涤沉淀 7 ~ 8 次。

#### 4.5.3 沉淀

向滤液〔如试样含锡，应加入 4 ml 柠檬酸溶液（2.9）〕中加入 2 滴甲基橙溶液（2.13），用盐酸（2.4）迅速中和至溶液呈红色，再依次用氢氧化钠溶液（2.12）和盐酸（2.5）调至溶液恰呈红色。加入 4 ml 盐酸（2.5），用水稀释至约 300 ml〔试样如含铬，此时应加入几滴过氧化氢（2.7）〕，将溶液煮沸至无大气泡，取下。用水洗杯壁，在不断搅拌下，滴加 10 ml 热的氯化钡溶液（2.14），溶液在低温电热板上保温 2 h，取下，放置过夜。

用加少量滤纸浆的慢速定量滤纸过滤，沉淀用氯化钡-盐酸洗液（2.15）倾洗 2 次。并将沉淀洗至滤纸上，用擦棒擦净烧杯，用温水洗至无氯离子〔用硝酸银溶液（2.11）检查〕。

#### 4.5.4 称量

将沉淀连同滤纸移入已恒量的铂坩埚中，灰化，在约 800℃ 灼烧 10 ~ 20 min，冷却，加入 4 滴硫酸（2.6）、2 ml 氢氟酸（2.3），低温蒸发至冒尽硫酸烟，再于 800℃ 灼烧 30 min，取出，置于干燥器中，冷却至室温后称量，并灼烧至恒量。

## 5 分析结果的计算

### 5.1 按下式计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.1374}{m} \times 100 \times K$$

式中:  $m_1$ ——铂坩埚和试液中硫酸钡的质量, g;

$m_2$ ——铂坩埚的质量, g;

$m_3$ ——铂坩埚和随同试样空白溶液中硫酸钡的质量, g;

$m_4$ ——空白试验用铂坩埚质量, g;

$m$ ——试样量, g;

$K$ ——由公式  $K = \frac{100}{100 - A}$  所得的换算系数 (如使用预干燥试样则  $K = 1$ ),  $A$  是按照

GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数;

0.1374——硫酸钡换算为硫的换算系数。

### 5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表 2 所列的允许差时, 则试样分析值有效, 否则无效, 应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差, 不大于表 2 所列允许差时, 则可予以平均, 计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时, 则应按附录 A 的规定, 进行追加分析和数据处理。

### 5.3 最终结果的计算:

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

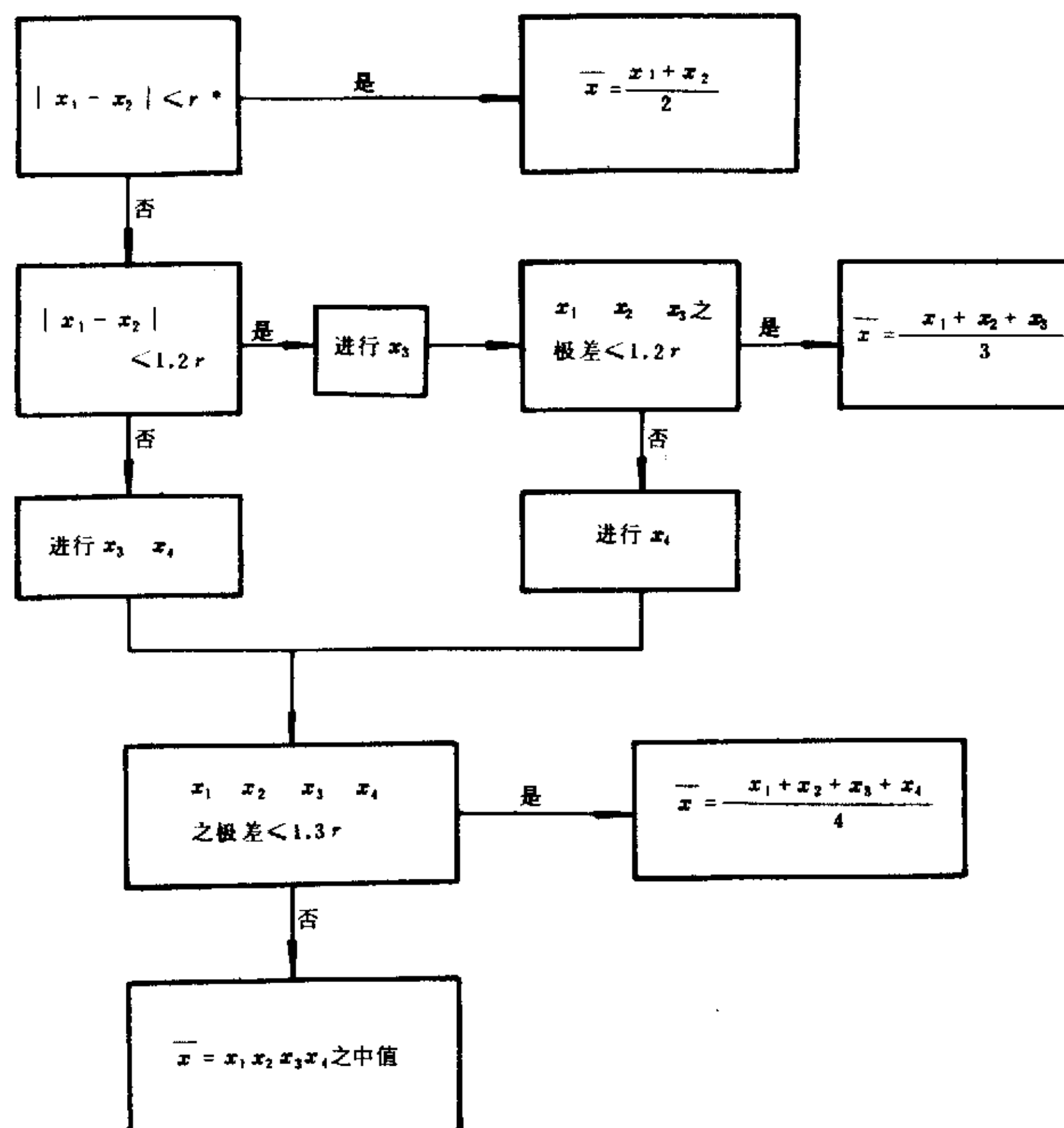
## 6 允许差

表 2

%

| 硫 量         | 标样允许差       | 试样允许差 |
|-------------|-------------|-------|
| 0.300~0.500 | $\pm 0.090$ | 0.012 |
| 0.50~1.00   | $\pm 0.015$ | 0.02  |
| 1.00~3.00   | $\pm 0.030$ | 0.04  |
| 3.00~5.00   | $\pm 0.045$ | 0.06  |

附录 A  
验收试样分析值程序  
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由冶金部长沙矿冶研究院起草。

本标准主要起草人李文然、刘素华。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中硫的测定作废。

\* r即表 2 中所列允许差。