

铁矿石化学分析方法
燃烧碘量法测定硫量

Methods for chemical analysis of iron ores
The combustion iodometric method for the
determination of sulfur content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.17-86

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：0.002～0.50%。
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法的总则及一般规定》。

1 方法提要

将试样同三氧化钨混合，在 $1200 \pm 20^\circ\text{C}$ 高温炉中加热，以氮气作为载气。

在含淀粉及碘化钾的稀盐酸溶液中，吸收析出的二氧化硫，在析出的过程中连续以碘酸钾标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 三氧化钨（亦可用金属钨在 $700 \pm 20^\circ\text{C}$ 灼烧4～5 h，中间打开炉门数次，使其充分氧化）。

2.2 盐酸（1+66）。

2.3 碘化钾（3%）。

2.4 淀粉溶液（2%）：称取2 g淀粉，置于200 ml烧杯中加10 ml水使成悬浮液，加入50 ml沸水搅拌，再加入30 ml饱和硼酸，4～5滴盐酸（ $\rho 1.19\text{g/ml}$ ），冷却。稀释至100 ml，混匀，待沉淀后，取上层清液使用。

2.5 碘酸钾标准溶液（0.001042 mol/l）：称取0.2230 g预先在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘2 h并置于干燥器中冷至室温的基准碘酸钾溶于水，冷却，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml相当于0.10 mg硫。

3 仪器

3.1 燃烧装置示意图，见图1。

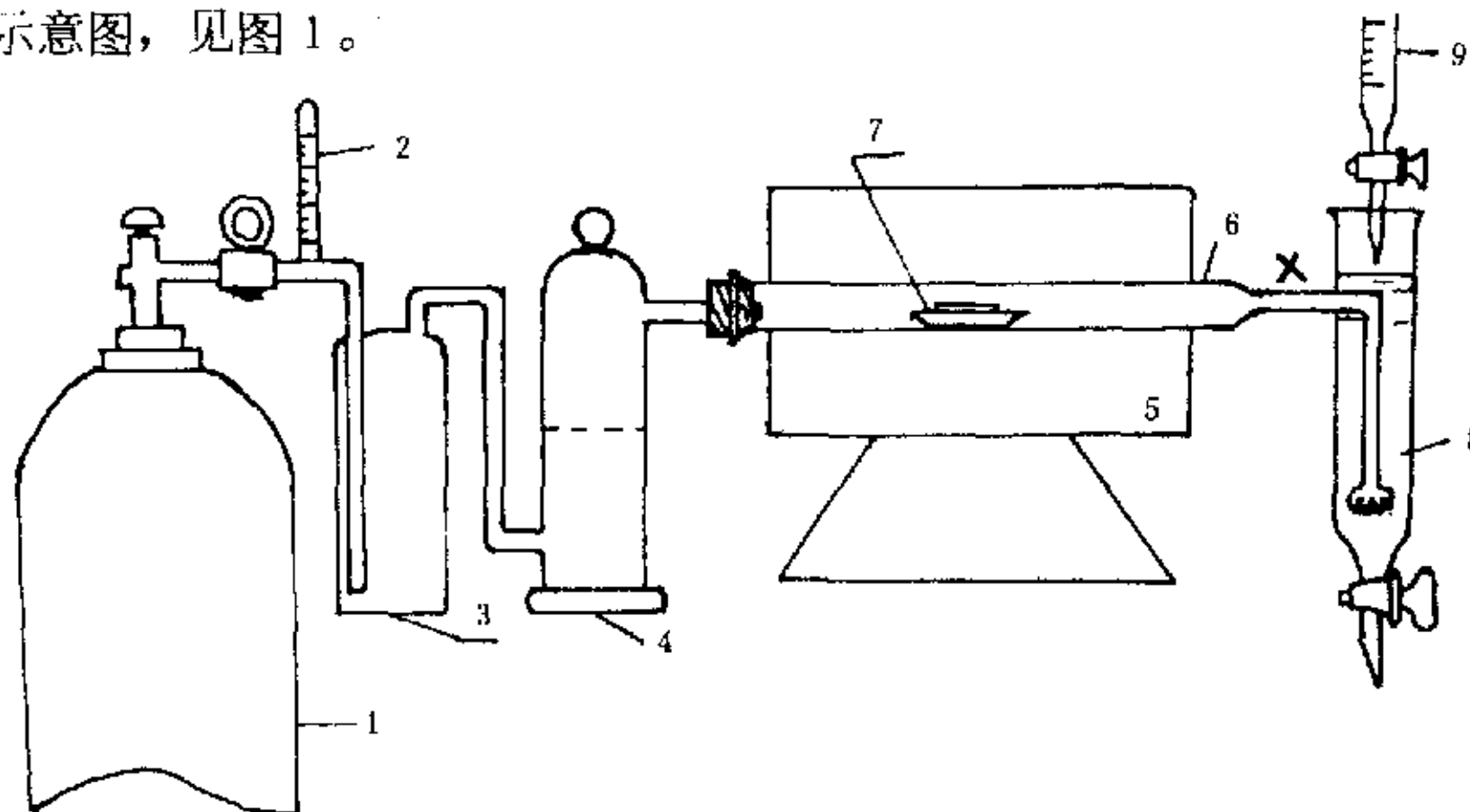


图1 燃烧装置示意图

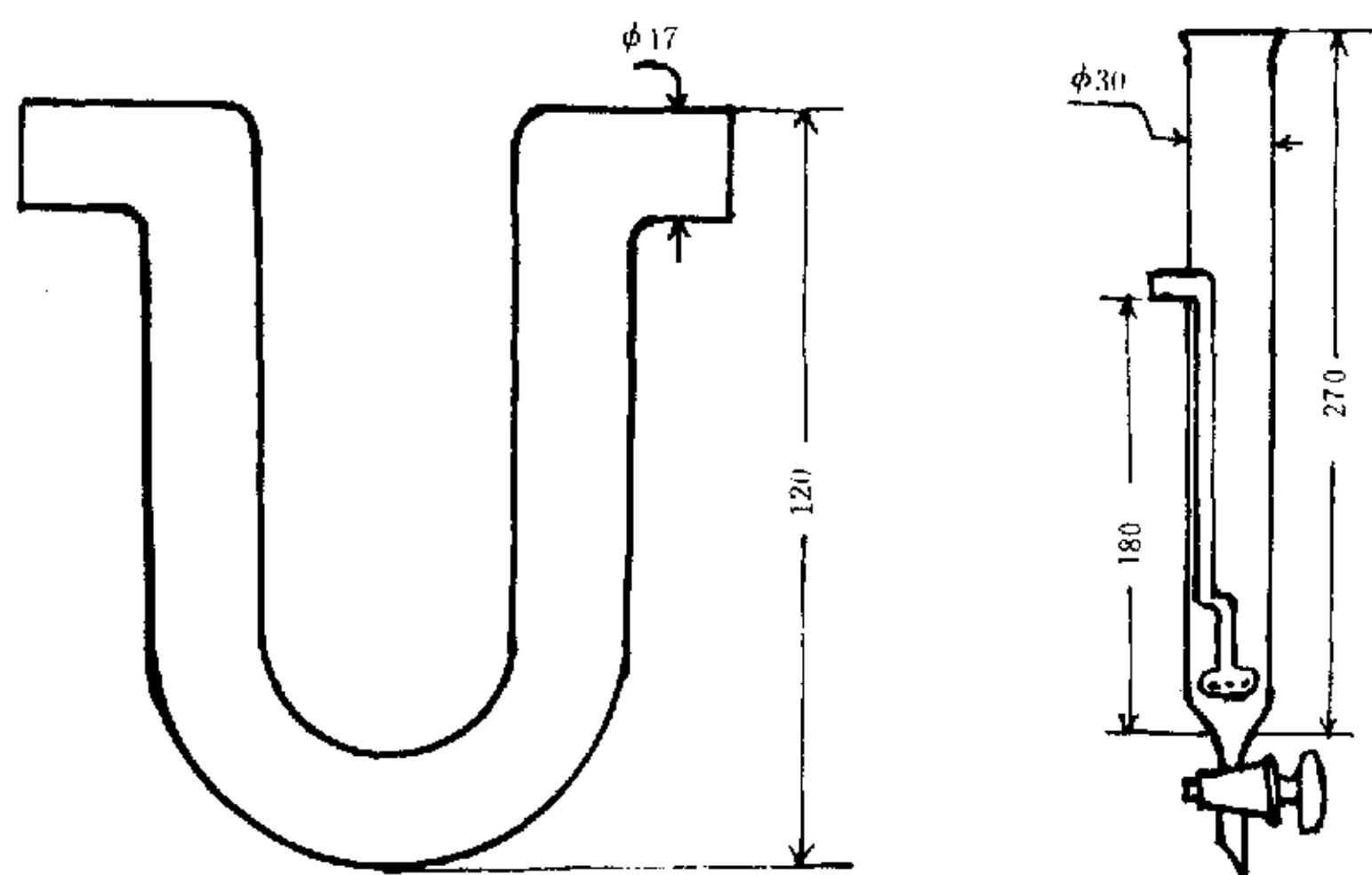


图 2 吸收器规格图

- a. 1 氮气钢瓶。
- b. 2 气体流量计：0 ~ 15 l/min。
- c. 3 洗气瓶：内盛高锰酸钾（5%）及氢氧化钾（40%）溶液。
- d. 4 干燥塔：下层装烧碱石棉（粒度14~24目），上层装无水高氯酸镁（粒度14~24目），顶端和底部放玻璃棉。
- e. 5 卧式燃烧炉：可保持 $1200 \pm 20^\circ\text{C}$ 。
- f. 6 瓷管：耐温 $1200 \pm 20^\circ\text{C}$ ， $23\text{mm} \times 27\text{mm} \times 600\text{mm}$ 。
- g. 7 瓷舟（长88mm，宽14mm，深9mm）和瓷舟罩（长83mm，内径14mm，外径18mm）。
- h. 8 吸收器：如图2，装吸收液用。
- i. 9 滴定管：25ml（测定硫 $<0.025\%$ 时，使用较精密的微量滴定管）。

3.2 U形吸收管：内径17mm，内盛约30g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，粒度14~24目），两端塞以玻璃棉，需用时安装在瓷管的出口处，图1中×点处。

注：如已知或认为试样含有氯化物，例如以氯化钠、方柱石、氯磷灰石存在，试样燃烧生成的氯气，应在吸收和滴定之前，使气流通过装有氯化亚锡的U形玻璃管，将其除去，当分析含氯化物大于1%的大量试样时，应适当更换氯化亚锡。当不知试样是否含有氯化物时，亦应配备氯化亚锡吸收管，此装置对测定没有影响。

4 试样

4.1 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含量高时，粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

4.2 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。

5 分析步骤

5.1 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。

5.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

硫量, %	试样量, g
0.002~0.025	1.0000
0.025~0.30	0.5000
0.30~0.50	0.2500

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

所用试剂需取自同一试剂瓶, 空白试验其量不得大于相当于含量的0.001%。

注: 如出现高空白(大于相当于试样中硫的0.001%), 这可能是由于所用的三氧化钨中存在硫化物, 或者瓷舟及瓷舟罩中存在硫化物。三氧化钨可在 $700 \pm 20^\circ\text{C}$ 温度下加热2h预处理。瓷舟及瓷舟罩也可在高温灼烧, 以降低空白值。

5.4 校正试验

随同试样进行同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

5.5 测定

5.5.1 按图1连接好测定装置, 将燃烧炉炉温升至 $1200 \pm 20^\circ\text{C}$ (指放瓷舟处的温度)。通氮气检查, 确信装置不漏气后才能测定。

5.5.2 将试样(5.2)置于预先盛有1.0g三氧化钨(2.1)的小皿中, 充分混匀。

5.5.3 将80ml盐酸(2.2)、1ml碘化钾(2.3)、1ml淀粉(2.4)注入吸收器中, 调节氮气流量为500~700ml/min, 在通氮情况下, 用碘酸钾标准溶液(2.5)滴至吸收液呈淡蓝色。

5.5.4 将同三氧化钨混匀的试样(5.5.2), 移入瓷舟中, 装上瓷舟罩。

5.5.5 将装有试样的瓷舟及罩推入卧式燃烧炉灼热处, 立即塞上橡皮塞, 以500~700ml/min的氮气流通过燃烧炉, 用碘酸钾标准溶液(2.5)滴定吸收液, 使溶液保持淡蓝色。

注: 为防止二氧化硫被载气带出液面, 应在通氮气后立即滴定, 使吸收液的液面始终保持蓝色。

5.5.6 继续通氮5~6min, 并使吸收液保持稳定的蓝色。重复打开通向燃烧管入口的橡皮塞(为使吸收液倒流入吸收器的气泡球内), 然后再塞上, 如此清洗吸收器2~3次, 最后把溶液滴定至淡蓝色为终点。记录消耗的碘酸钾标准溶液体积(V_1)。

注: ①一般试样燃烧5~6min已足够了, 但有些试样需要增加燃烧时间至10min, 或更长一些, 以保证硫从试样中完全释放出来。

②在测定高含量氟(≥1%)试样时, 应在燃烧管的出口处装一个盛有玻璃棉的球形管, 同时每分析一个样品, 吸收器需用热的氢氧化钠(20%)清洗一次, 然后用水洗净后使用, 以防止吸收器堵塞, 影响分析结果。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.0001}{m} \times 100 \times K$$

式中: V_1 ——滴定试样溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积, ml;

V_2 ——滴定随同试样空白溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积, ml;

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

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。

6.2 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的分析值是否与标样值一致。

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。

6.3 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六位,并按数字修约规则的规定修约至小数第四位或第三位。

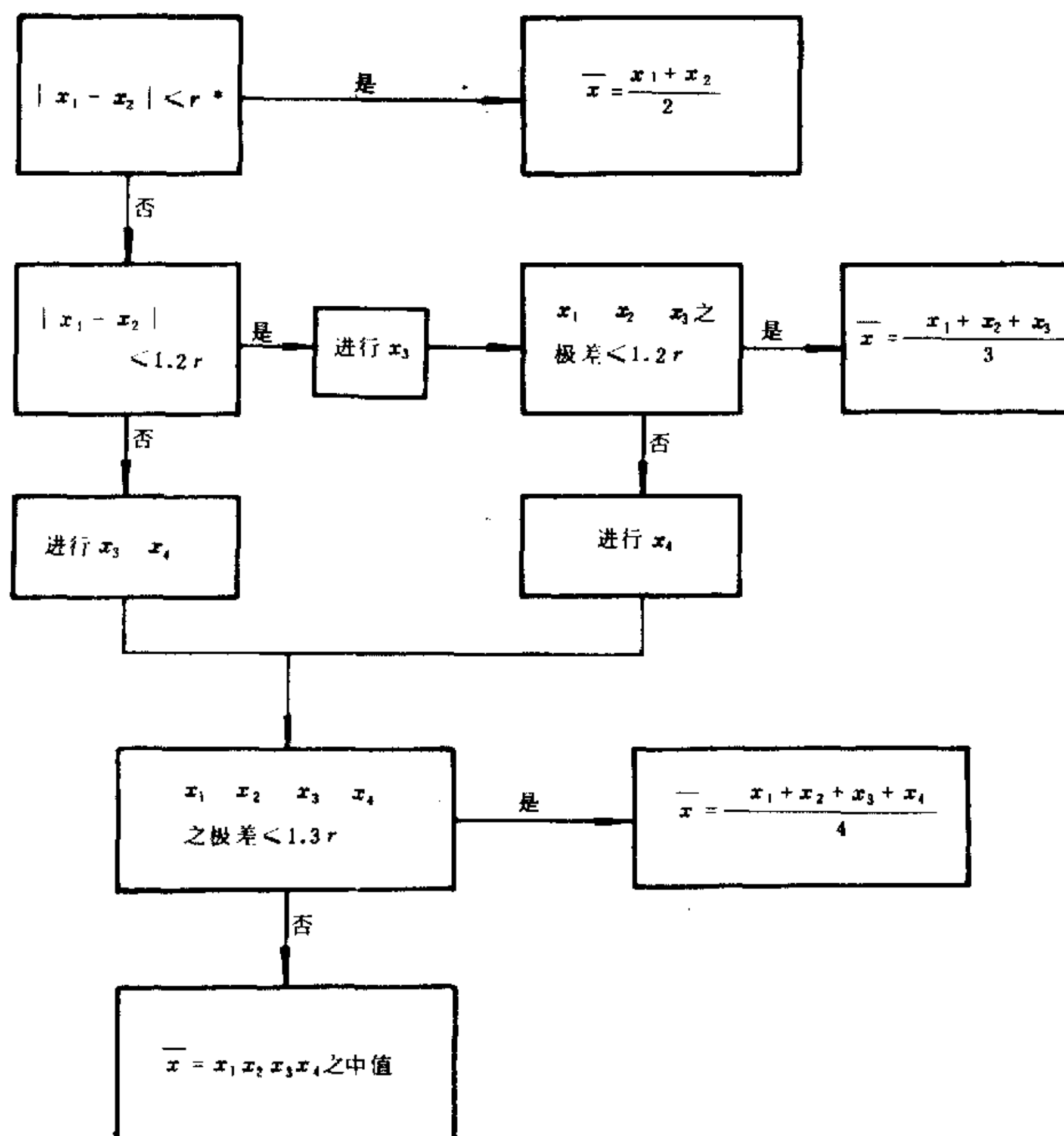
7 允许差

表 2

%

疏 量	标样允许差	试样允许差
0.002 ~ 0.010	± 0.0010	0.0015
>0.010 ~ 0.050	± 0.0020	0.0030
>0.050 ~ 0.100	± 0.0035	0.0050
>0.100 ~ 0.250	± 0.0060	0.0080
>0.250 ~ 0.500	± 0.0090	0.012

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。

本标准由上钢一厂钢铁研究所起草。

本标准主要起草人洪志湧、任庆中、潘伯春。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 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。