

氟石化学分析方法
燃烧-碘酸钾容量法测定总硫量

UDC 549.454
: 543.273
: 546.22
GB 5195.5-85

Methods for chemical analysis of fluorspar
The combustion-potassium iodate volumetric method
for the determination of total sulfur content

本标准适用于氟石中总硫量的测定。测定范围：0.003~0.500%。
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1200~1250℃氮气流中燃烧，产生的二氧化硫被水吸收生成亚硫酸，以淀粉作指示剂，用碘酸钾标准溶液滴定至浅蓝色为终点。

2 试剂

2.1 无水硫酸钠：优级纯或基准试剂。

2.2 氟化钙。

2.3 盐酸（1+1）。

2.4 淀粉溶液（1%）：称取2g薯粉、1g氯化钠于研钵中，加少量水研匀，倾入约150ml沸水中，煮沸，取下冷却。加入饱和硼酸溶液30ml，用水稀释至200ml，搅匀静置。

2.5 淀粉吸收液（0.05%）：移取25.0ml淀粉溶液（2.4）的澄清液，加入400ml水、15ml盐酸（2.3），用水稀释至500ml，混匀。

2.6 碘酸钾标准贮存溶液（0.01N）：称取0.3567g碘酸钾（KIO₃）、1g碘化钾和2粒氢氧化钾，以水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.7 碘酸钾标准溶液（0.001N）：移取50.00ml碘酸钾标准贮存溶液（2.6），置于500ml容量瓶中，加入1g碘化钾，以水稀释至刻度，混匀。

按上述相同的配制方法，配制0.002N碘酸钾标准溶液。

标定：称取与试样含硫量相近的标准试样（2.8）三份，置于瓷舟中，按5.3.6~5.3.8测定。随同做二份（用来配制标准试样的）氟化钙的空白试验。

按式（1）计算碘酸钾标准溶液对硫的滴定度：

$$T = \frac{C \cdot m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度，g/ml；

C——标准试样的百分含量；

m——称取标准试样的量，g；

V——标准试样所消耗碘酸钾标准溶液体积的平均值（若极差值超过0.20ml时，应重新标定），ml；

V₀——空白试验所消耗碘酸钾标准溶液体积的平均值，ml。

2.8 标准试样的配制

2.8.1 将无水硫酸钠(2.1)和氟化钙(2.2)于 105 ± 1 °C干燥2h,并置于干燥器中冷至室温。

2.8.2 称取0.2215g无水硫酸钠(2.1)和4.7785g氟化钙(2.2),置于玛瑙研钵中,仔细研匀。标准试样的理论含硫量为1%。

2.8.3 称取0.5000g预先在 105 ± 1 °C干燥2h并置于干燥器中冷至室温的标准试样(2.8.2)和4.5000g氟化钙(2.2),置于玛瑙研钵中,仔细研匀。标准试样的理论含硫量为0.10%。

按3.8.3的配制方法,分别配制理论含硫量为0.05%,0.02%,0.005%的标准试样。

配制的标准试样,必须保证其均匀性。

3 仪器

燃烧-碘酸钾容量法测硫装置(见图1)。

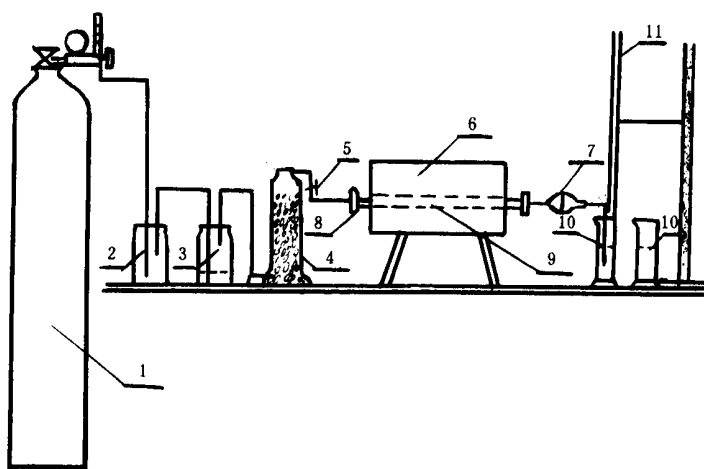


图 1

1—氮气瓶; 2—气体缓冲瓶; 3—洗气瓶; 4—干燥塔; 5—玻璃活塞;
6—管式电炉; 7—单球管; 8—瓷管; 9—瓷舟; 10—二氧化硫吸收杯
和参比溶液杯; 11—滴定管

3.1 氮气瓶,备有氧气流量表。

3.2 气体缓冲瓶。

3.3 洗气瓶,内盛100~150 ml硫酸(比重1.84)。

3.4 干燥塔,底部放固体氢氧化钾,中间放玻璃丝,上部放无水氯化钙。

3.5 玻璃活塞。

3.6 管式电炉,最高温度1350 °C。

3.7 单球管,内放少量干燥的脱脂棉或玻璃丝。

3.8 瓷管(无釉,外径25mm、内径20mm,长600mm),使用前各部分需在测定条件下灼烧10min。

3.9 瓷舟(无釉,77mm或88mm),在测定条件下灼烧,直至吸收液保持浅蓝色1min不褪。贮于干燥器中备用。

3.10 二氧化硫吸收杯和参比溶液杯(见图2)。

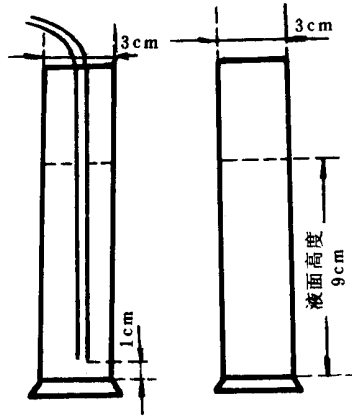


图 2

3.11 25ml 或 10ml 滴定管。

4 试样

4.1 试样应通过 240 目筛网。

4.2 试样预先在 105 ± 1 °C 干燥 2h，置干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，取其平均值。

5.2 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

硫 量 %	试 样 量 g	碘酸钾标准溶液浓度 N
<0.050	1.0000	0.001
>0.050 ~ 0.150	0.5000	0.001
>0.150 ~ 0.300	0.2500	0.002
>0.300 ~ 0.500	0.1000	0.002

5.3 测定

5.3.1 按图 1 连接好测硫装置。接通电源，使炉温逐渐升至 $1200 \sim 1250$ °C。

5.3.2 向测硫装置通入氮气，检查装置不漏气后方可进行测定。

5.3.3 向二氧化硫吸收杯中加入 60ml 淀粉溶液 (2.5)。以 $100 \sim 200$ ml/min 流量通入氮气。按表 1 选用碘酸钾标准溶液，滴定至浅蓝色（与参比溶液颜色一致），关闭氮气。

参比溶液的配制：向参比管内加入 60ml 淀粉溶液 (2.5)，以碘酸钾标准溶液 (2.7) 滴定至浅蓝色。

5.3.4 按 5.3.5 ~ 5.3.8 预先燃烧 1 ~ 2 只试样，以平衡测定条件。

5.3.5 将试样(5.2)平铺于瓷舟(3.9)中,置于干燥器中待测。

5.3.6 调节氮气流量约150 ml/min(同批操作气体流量控制一致)。

5.3.7 用镍铬合金钩将瓷舟迅速推入管式炉高温区,立即用橡胶塞塞紧管口,以约150 ml/min流量通入氮气,使二氧化硫气体被吸收液吸收。

5.3.8 当吸收液的浅蓝色被还原褪色时,立即用碘酸钾标准溶液(2.7)滴定,直至溶液呈浅蓝色与参比溶液颜色一致并保持1 min不褪为终点。

6 分析结果的计算

按式(2)计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{TV}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/ml;

V ——试样消耗碘酸钾标准溶液体积的平均值, 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表2所列允许差。

表 2

%

硫 量	允 许 差
0.003 ~ 0.010	0.001
>0.010 ~ 0.020	0.002
>0.020 ~ 0.050	0.004
>0.050 ~ 0.100	0.006
>0.100 ~ 0.200	0.010
>0.200 ~ 0.500	0.015

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由浙江省萤石矿山公司负责起草。

本标准由浙江省冶金研究所起草。

本标准主要起草人江少娟。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 322—65《萤石化学分析方法》作废。