

氟石化学分析方法
碘量法测定硫化物量

UDC 549.454
: 543.661
.249.2
GB 5195.4—85
ISO 4284—1978

Methods for chemical analysis of fluorspar
The iodometric method for the determination
of sulphide content

本标准适用于氟石中硫化物含量的测定。测定范围： $\geq 0.001\%$ 。

本标准等同采用国际标准 ISO 4284—1978《酸级氟石—硫化物含量的测定—碘量法》。

本标准不适用于含多硫化物氟石中硫化物含量的测定。

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

将试样置于一密闭的蒸馏装置中，加盐酸、氯化亚锡和硼酸的混合液，加热分解试样，释放出的硫化氢，由不含氧的氮气或氩气流带出，并被乙酸镉溶液吸收，用碘量法测定生成的硫化镉。

2 试剂

2.1 硼酸。

2.2 不含氧的氮气（或氩气）。

如果氮气中含氧，则首先让氮气通过一只盛有焦性没食子酸溶液的洗瓶。

碱性焦性没食子酸配制：50ml 25%焦性没食子酸溶液和50ml 30%氢氧化钾溶液混合。

2.3 盐酸（1 + 2）。

2.4 氯化亚锡溶液（20%）：称取20g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），置于30ml盐酸（比重1.19）中，用水稀释至100ml，混匀。

2.5 碘化钾溶液（20%）。

2.6 醋酸镉溶液（3%）：称取30g乙酸镉〔 $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 〕，置于含有6ml冰乙酸的适量水中，用水稀释至1000ml。

2.7 淀粉溶液（0.5%）。

2.8 碘标准溶液（0.01N）。

使用前用0.1N碘标准溶液稀释而成。

0.1N碘标准溶液的配制：称取6.3g碘和10g碘化钾，置于研钵中加少量水研磨，使碘全部溶解，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于棕色瓶中。

2.9 重铬酸钾标准溶液（0.1000N）：称取4.9035g预先于150~170℃干燥1h置于干燥器中冷至室温的重铬酸钾（基准试剂），以水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.10 硫代硫酸钠标准溶液（0.01N）：

使用前用0.1N硫代硫酸钠标准溶液稀释而成。

0.1N硫代硫酸钠标准溶液的配制：称取12.5g硫代硫酸钠，以水溶解，加入0.1g碳酸钠，移入500ml容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。贮存于棕色瓶中。

2.10.1 硫代硫酸钠标准溶液的标定：移取20.00ml重铬酸钾标准溶液三份，置于三个300ml锥形