

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

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.16-86

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

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 (ρ 1.15g/ml)。

2.4 盐酸 (ρ 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100g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1g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 μ 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 μ 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 30 ml 刚玉坩埚中，按表 1 加入混合熔剂（2.1）和 10.4 g 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 2 g 混合熔剂（2.1）。

先低温再在 700 ~ 750℃ 熔融 10 ~ 15 min，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。