

式中： $f$ ——校正系数；

$V$ ——碘酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

$V_0$ ——空白试验碘酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

$m$ ——试样的质量，g；

0.000 05——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的克数，g/mL。

### 17 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 %

硫(S)含量	允许差
$\leq 0.010$	0.002
$> 0.010 \sim 0.050$	0.004
$> 0.050 \sim 0.120$	0.006
$> 0.120 \sim 0.300$	0.012
$> 0.300$	0.020

#### 附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化工部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人王和平、李东好。

本标准参照采用日本工业标准 JIS M 8850—1982《石灰石分析方法》。



GB/T 15057.8—1994

版权专有 侵权必究

\*

书号：155066·1-24460

定价：8.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15057.8—94

## 化工用石灰石中硫含量的测定 硫酸钡重量法和燃烧-碘酸钾滴定法

Limestone for chemical industry

—Determination of sulfur content—The barium sulfate gravimetric  
and combustion-iodate titrimetric methods

1994-05-05 发布

1995-02-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国  
国家标准  
化工用石灰石中硫含量的测定  
硫酸钡重量法和燃烧-碘酸钾滴定法

GB/T 15057.8—94

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.bzcbs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 12 千字

1994年10月第一版 2005年8月第二次印刷

\*

书号:155066·1-24460 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 14 试样

实验室样品通过 125 $\mu$ m 试验筛(GB 6003),于 105~110℃干燥 2h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

## 15 分析步骤

## 15.1 测定

15.1.1 按图 1 连接好测定装置,将燃烧炉逐渐升温至 1 250℃。通氮气检查装置应严密不漏气。

15.1.2 按以下测定步骤预先燃烧 1~2 个试样,以平衡测定条件。

15.1.3 称取约 0.5g 试样(含硫量大于 0.2%时,称取约 0.25g),精确至 0.000 1g。同时做空白试验。

15.1.4 将试样置于预先盛有 1.5g 三氧化钨(12.1)的瓷舟中,用细金属丝搅拌均匀并铺平(小心,不要撒出)。如必要,上面再覆盖约 0.5g 三氧化钨(12.1)。

15.1.5 量取 60mL 盐酸吸收液(12.2),加入 1mL 碘化钾溶液(12.3)、1mL 淀粉溶液(12.5),滴加几滴碘酸钾标准滴定溶液(12.4)使溶液呈浅蓝色,注入二氧化硫吸收瓶(13.14)中。按同样方法另取一份注入比色瓶中。将氮气通入吸收瓶,调节流量约 150~200mL/min。用碘酸钾标准滴定溶液(12.4)滴定吸收液呈浅蓝色不褪并与比色瓶中溶液颜色一致。然后将滴定管中溶液调至零点处。视试样含硫量,可预滴加 1mL 左右碘酸钾标准滴定溶液(12.4)。

15.1.6 取下瓷管进口一端的橡皮塞,将盛有试样的瓷舟用镍铬丝钩送入瓷管内高温处,立即塞上橡皮塞,使氮气流通过燃烧炉。燃烧后的混合气体导入二氧化硫吸收瓶中,瓶下部的淀粉吸收液蓝色开始消退,立即用碘酸钾标准滴定溶液(12.4)滴定。通氮 5~6min,当吸收液褪色缓慢时,滴定速度放慢,直至吸收液的浅蓝色与比色瓶中溶液颜色一致并保持 1min 不褪为终点。记录消耗的碘酸钾标准滴定溶液体积。

15.1.7 取下进口橡皮塞,拉出瓷舟,进行下一个试样的测定。

注:① 碘化钾-淀粉酸性吸收液最好使用一次即更换。对于含硫量小于 0.1%的试样,可以连续测定 2~3 个试样后再更换。

② 观察瓷舟中试样的燃烧情况,如熔渣不平,断面有气泡,需重新测定。若仍然如此,可稍提高炉温或增加三氧化钨的用量。

## 15.2 校正试验

称取与试样含硫量相近的石灰石标准物质二份,按 15.1 条对本方法进行日常校正试验。校正系数( $f$ )按式(2)计算:

$$f = \frac{B \cdot m}{(V - V_0) \times 0.000\ 05} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $B$ ——标准物质硫的质量百分数;

$V$ ——碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——标准物质的质量, g;

0.000 05——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的克数, g/mL。

二份所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积的差值不得超过 0.20mL。取二次测定的算术平均值作为该方法的校正系数。校正系数应大于 1。

## 16 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫(S)含量( $x$ )按式(3)计算:

$$x = \frac{(V - V_0) \cdot f \times 0.000\ 05}{m} \dots\dots\dots (3)$$

定条件下灼烧 10min。

- 13.12 滴定管(12):25mL 或 10mL。
- 13.13 试剂瓶(13):内盛碘酸钾标准滴定溶液。
- 13.14 吸收瓶(14):吸收二氧化硫用,如图 2。
- 13.15 比色瓶(15)。
- 13.16 日光灯(16)。

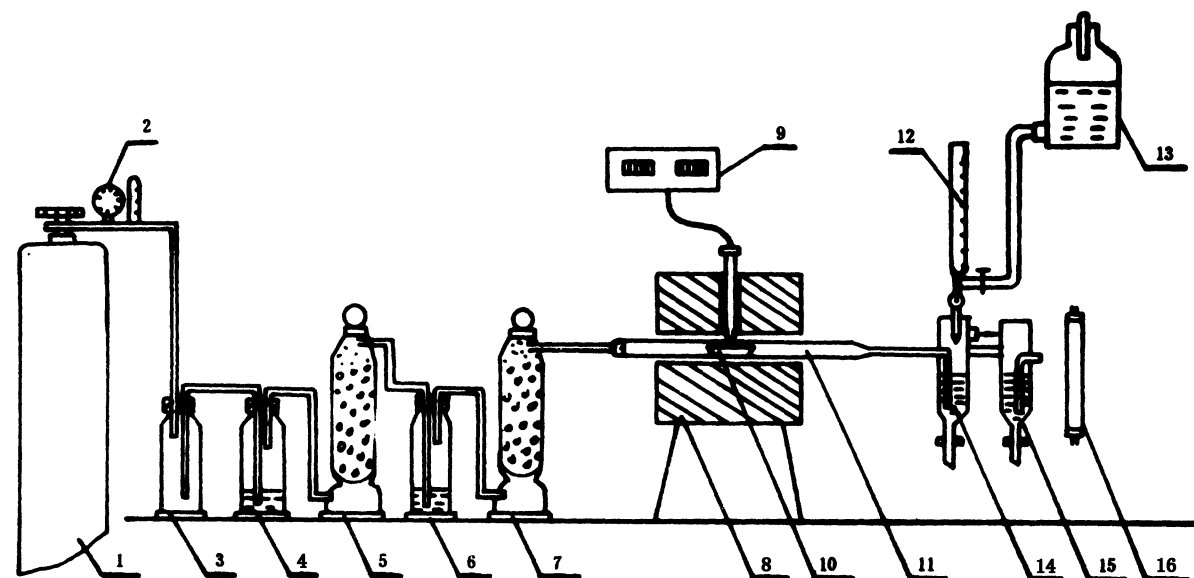


图 1 硫含量测定装置图

1—氮气钢瓶;2—气体流量计;3—缓冲瓶;4—洗气瓶;5—干燥塔;6—洗气瓶;  
7—干燥塔;8—管式燃烧炉;9—温度自动控制器;10—瓷舟;11—瓷管;12—滴  
定管;13—试剂瓶;14—吸收瓶;15—比色瓶;16—日光灯

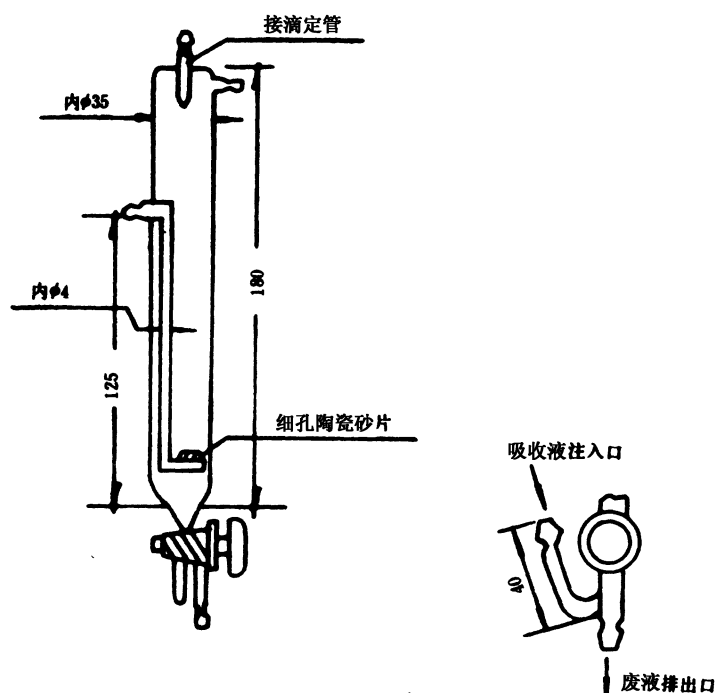


图 2 吸收瓶

中华人民共和国国家标准

化工用石灰石中硫含量的测定  
硫酸钡重量法和燃烧-碘酸钾滴定法

GB/T 15057.8—94

Limestone for chemical industry

—Determination of sulfur content—The barium sulfate gravimetric  
and combustion-iodate titrimetric methods

第一篇 重量法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫酸钡重量法测定硫的含量。  
本标准适用于化工用石灰石产品中硫含量的测定,测定范围为大于 0.05%。

2 引用标准

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样用硝酸、氯酸钾分解,将硫氧化成硫酸盐,加盐酸蒸干以除去硝酸。溶液过滤除去硅等不溶物,在 pH≈1 的盐酸介质中,加入氯化钡生成硫酸钡沉淀。过滤,沉淀灼烧,称量。由硫酸钡的质量计算硫的含量。

4 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB 6682 中三级水的规格,所列的试剂,无特殊规定外,均指分析纯试剂。

- 4.1 氯酸钾(GB 645)。
- 4.2 硝酸(GB 626):1+1 溶液。
- 4.3 盐酸(GB 622)。
- 4.4 盐酸:1+1 溶液。
- 4.5 盐酸:1+100 溶液。
- 4.6 盐酸羟胺(GB 6685):50g/L 溶液。
- 4.7 氯化钡(BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)(GB 652):100g/L 溶液。称取 100g 氯化钡溶于适量水中,过滤后用水稀释至 1 000mL。
- 4.8 硝酸银(GB 670):10g/L 溶液。

5 试样

实验室样品通过 125μm 试验筛(GB 6003),于 105~110℃干燥 2h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

国家技术监督局 1994-05-05 批准

1995-02-01 实施