



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.17—2014
代替 GB/T 6730.17—1986

GB/T 6730.17—2014

铁矿石 硫含量的测定 燃烧碘量法

Iron ores—Determination of sulfur content—
Combustion iodometric method

中华人民共和国
国家标准
铁矿石 硫含量的测定 燃烧碘量法
GB/T 6730.17—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

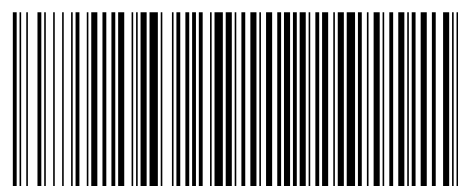
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50089 定价 16.00 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)68510107



GB/T 6730.17—2014

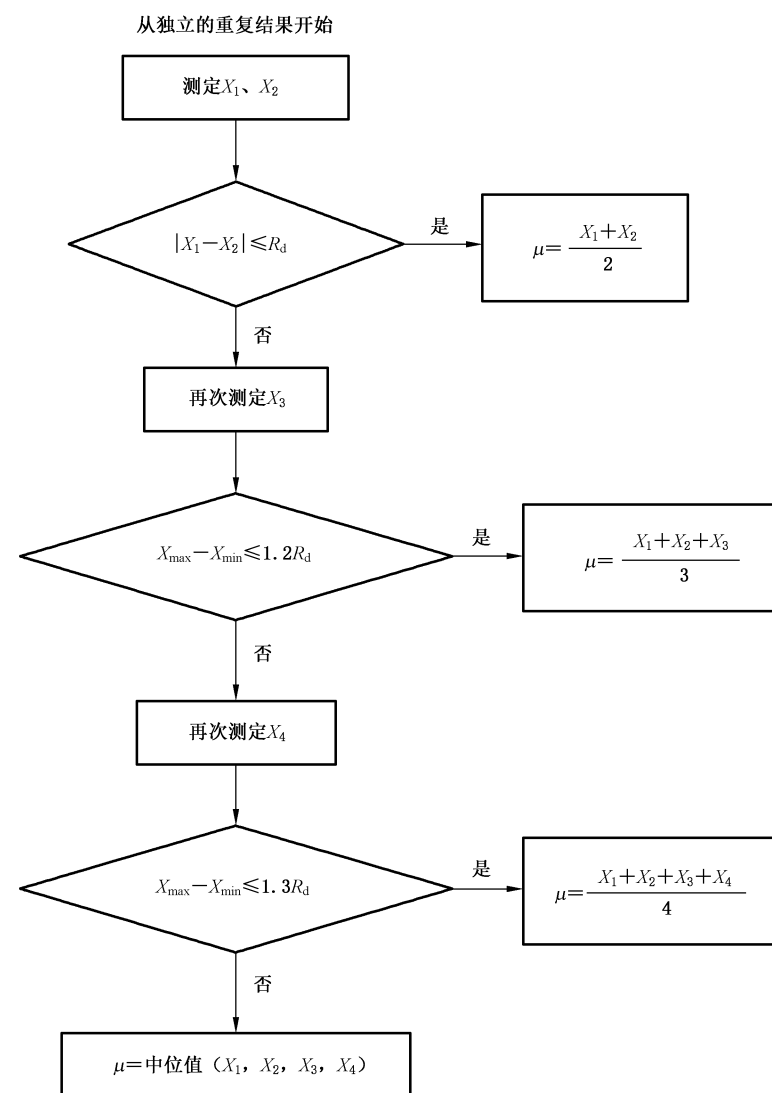
2014-09-30 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(规范性附录)

试样分析值接受程序流程图



注：R_d 为表 2 所列允许差。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图

前言

GB/T 6730《铁矿石》分为 64 个部分。
 本部分为 GB/T 6730 的第 17 部分。
 本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
 本部分代替 GB/T 6730.17—1986《铁矿石化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量》。本部分与 GB/T 6730.17—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：
 ——增加警告部分；
 ——增加规范性引用文件；
 ——标准中“1 220 °C ± 20 °C 高温炉”修改为“1 250 °C ± 20 °C 高温炉”；
 ——标准中删掉试剂三氧化钨中用钨的制备方法；
 ——标准中试剂“碘化钾(3%)”修改为“碘化钾溶液, 30 g/L”；
 ——标准中试剂“淀粉溶液(2%)”修改为“淀粉溶液, 20 g/L”；
 ——标准中仪器 7 增加“注：瓷舟及瓷舟罩应在 1 250 °C ± 20 °C 高温炉中灼烧，以降低空白值”；
 ——增加了 8.3 氧化物换算系数；
 ——增加了 9 试验报告。
 本部分由中国钢铁工业协会提出。
 本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。
 本部分主要起草单位：鞍钢集团矿业公司、上海出入境检验检疫局、马鞍山钢铁股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。
 本部分主要起草人：李玉林、陈志华、高景俊、任丽萍、程坚平、孙德明、姚强。
 本部分所代替标准的历次版本发布情况为：
 ——GB/T 1368—1978、GB/T 6730.17—1986。

7.5.5 将装有试料的瓷舟及瓷舟罩推入卧式燃烧炉中心高温处,立即塞上橡皮塞,以 500 mL/min~700 mL/min 氮气流通过燃烧炉,用碘酸钾标准溶液(见 4.5)滴定吸收液,使吸收液的液面保持淡蓝色。

7.5.6 为防止二氧化硫被载气带出液面,应在通氮气后立即滴定,使吸收液的液面保持淡蓝色。

7.5.7 继续通氮 5 min~6 min,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内),然后再塞上,如此清洗吸收器 2 次~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)。

7.5.8 在测定高氟含量(>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(200 g/L)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。

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

8 结果计算

8.1 硫的含量以质量分数 w_s 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_s = \frac{(V_1 - V_2) \times C}{m \times 1000} \times K \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——滴定试样溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定随同试样的空白溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

C ——1 mL 碘酸钾标准溶液(0.001 042 mol/L)相当于 0.10 mg 硫;

m ——试料量,单位为克(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/T 6730.3 测定得到的吸湿水质量分数。

8.2 分析值的验收

当试样的两个分析结果之差,不大于表 2 所列允许差时,则可予以平均,计算出分析结果。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。

表 2 % (质量分数)

硫含量	允许差
0.002 0~0.010 0	0.001 5
>0.010~0.050	0.003
>0.050~0.100	0.005
>0.100~0.250	0.008
>0.250~0.500	0.012

8.3 最终结果的计算

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果,并按数字修约规则的规定修约至小数点第四位或第三位。

铁矿石 硫含量的测定 燃烧碘量法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了用燃烧碘量法测定铁矿石中硫含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硫含量的测定。测定范围(质量分数): 0.002 0%~0.50%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 6730.3 铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

3 原理

将试料同三氧化钨混合,以氮气作为载气,在 1 250 °C±20 °C 高温炉中加热。将产生的二氧化硫气体用含淀粉及碘化钾的稀盐酸溶液吸收,在析出吸收的过程中连续以碘酸钾标准溶液滴定,通过消耗的碘酸钾溶液的体积来计算试样中的硫含量。

4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 三氧化钨,固体(硫含量小于 0.001%)。三氧化钨应在 700 °C±20 °C 温度下加热 2 h 预处理,以降低空白值。

4.2 盐酸,1+66。

4.3 碘化钾溶液,30 g/L。

4.4 淀粉溶液,20 g/L。称取 2 g 淀粉,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 滴~5 滴盐酸($\rho=1.19$ g/mL),冷却,稀释至 100 mL,混匀,待沉淀后,取上层清液使用。

4.5 碘酸钾标准溶液,0.001 042 mol/L。称取 0.223 0 g 预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的基准试剂碘酸钾溶于水,移入 1 000 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。

5 仪器

燃烧装置示意图见图 1。包括:

a) 1——氮气钢瓶(纯度大于 95%)。