

铌铁化学分析方法  
燃烧碘量法测定硫量

UDC 669.15/293  
:543.062:546  
.22  
GB 3654.6-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The combustion iodate volumetric method for  
the determination of sulfur content

本标准适用于铌铁中硫量的测定。测定范围：0.035~0.090%。  
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

试样于1300 C的高温炉中加热并通氧燃烧，使硫氧化成二氧化硫，被淀粉溶液吸收后，以碘酸钾标准溶液滴定至浅蓝色为终点。

2 试剂

2.1 五氧化二钒。

2.2 硫酸铅和五氧化二钒混合物

称取0.0378g硫酸铅、9.9622g五氧化二钒，置于玛瑙乳钵中，充分研磨，使硫酸铅和五氧化二钒混匀。

2.3 淀粉溶液

称取10g可溶性淀粉，用少量水调成糊状，加入500ml沸水，搅匀，加热煮沸，取下，加入500ml水、10滴盐酸（比重1.19），搅拌均匀后静置澄清。使用时取25ml上面澄清液，加15ml盐酸（比重1.19），以水稀释至1000ml，混匀。

2.4 碘酸钾标准溶液

称取0.3567g碘酸钾溶于水后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

移取200ml碘酸钾，置于1000ml容量瓶中，加入1g碘化钾，待其溶解后，以水稀释至刻度，混匀。

碘酸钾标准溶液的标定：称取0.5000g硫酸铅和五氧化二钒混合物（2.2），置于瓷舟中，以下按4.2.2款进行。根据所消耗碘酸钾标准溶液的体积，计算碘酸钾标准溶液的滴定度。

$$T = \frac{m \times 0.1055}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T ——碘酸钾标准溶液相当于硫的滴定度，g·ml；

m ——称取硫酸铅的量，g；

0.1055 ——硫酸铅换算成硫的换算因数；

V ——标定时消耗碘酸钾标准溶液的量，ml。

3 仪器

3.1 定硫装置（见图1）。