

中华人民共和国国家标准

银化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量

GB 11067.6-89

Silver—Determination of
sulphur content—Combustion-
potassium iodate titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中硫含量的测定方法。

本标准适用于银中硫含量的测定。测定范围:0.0005%~0.0020%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试样在1250~1300°C氧气流中燃烧将硫转化成二氧化硫被微酸性水溶液吸收,以淀粉为指示剂,生成的亚硫酸以碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色并保持不褪色为终点。以消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积计算硫含量。

4 试剂

4.1 淀粉溶液(1%):称取10g淀粉,以少量水调成糊状,加入500mL沸水并搅拌均匀,煮沸2min,冷却后用水稀释至1000mL,加入5~6滴盐酸(ρ :1.19g/mL),混匀,放置至溶液澄清。

4.2 淀粉吸收液(0.025%):移取25mL淀粉溶液(4.1)于烧杯中,加入15mL盐酸(ρ :1.19g/mL),用水稀释至1000mL,混匀。

4.3 硫标准溶液:称取1.0869g预先于105~110°C烘干并在干燥器中冷却至室温的硫酸钾,置于100mL烧杯中,用水溶解,移入200mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 μ L含1 μ g硫。

4.4 碘酸钾标准贮存溶液($c(\text{KIO}_3)=0.0008\text{ mol/L}$):称取0.178g碘酸钾溶于水,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.5 碘酸钾标准滴定溶液($c(\text{KIO}_3)=0.00008\text{ mol/L}$):

4.5.1 配制:移取50mL碘酸钾标准贮存溶液(4.4),置于500mL容量瓶中,加入25g碘化钾,以水稀释至刻度,混匀。

4.5.2 标定:用微型注射器移取适量硫标准溶液(4.3)三份,分别注入瓷舟(5.11)中,各加入1g钙粒作助熔剂,低温加热烘干,以下按7.2.3~7.2.6方法进行。

4.5.3 碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度按下式计算:

$$T = \frac{m}{V}$$

式中：T——碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度，g/mL；

m——移取硫标准溶液中含硫量，g；

V——滴定硫标准溶液消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，mL。

取三次标定结果的平均值，三次滴定度极差值不大于0.000 000 5 g/mL。

5 仪器

5.1 定硫装置，见图1。

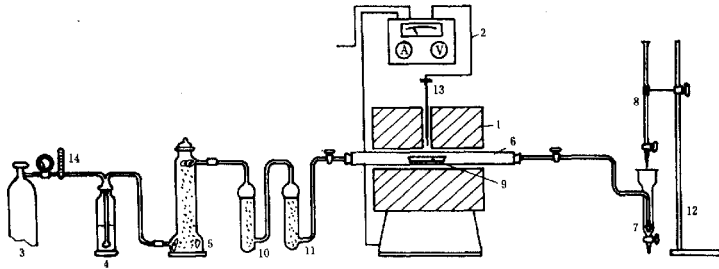


图1 测定硫装置示意图

1—管式电炉；2—可控硅温度控制器；3—氧气瓶；4—洗气瓶；5—干燥塔；6—瓷管；7—二氧化硫吸收瓶；
8—滴定管；9—瓷舟；10，11—干燥管；12—滴定架；13—铂铑热电偶；14—氧气流量计

5.2 管式电炉：最高温度1 350℃。

5.3 可控硅温度控制器：0~1 600℃。

5.4 氧气瓶：备有氧气流量计。

5.5 洗气瓶：内盛100~150 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

5.6 干燥塔：底部放玻璃丝，中间放变色硅胶，上部放分子筛。

5.7 干燥管：内装无水高氯酸镁。

5.8 干燥管：内装烧碱石棉。

5.9 瓷管(无釉，外径25 mm、内径20 mm、长600 mm)：使用前需在1 250~1 300℃的氧气流中灼烧10 min。

5.10 二氧化硫吸收器，见图2。

5.11 瓷舟(无釉，长97或88mm)：使用前需在1 250~1 300℃的氧气流中灼烧3~5 min，贮存于干燥器中。

5.12 镍铬合金钩。