

中华人民共和国国家标准

高纯阴极铜化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量

GB/T 13293.13-91

Higher purity copper cathode—
Determination of sulphur content—
Combustion-potassium iodate titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中硫含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中硫含量的测定。测定范围:0.000 4%~0.003%。

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

试料在约 1 200℃氧气流中燃烧,硫转化成一氧化硫被微酸性溶液吸收,生成的亚硫酸用碘酸钾标准滴定溶液滴定。按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(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉,以少量水调成糊状,加入 50 mL 沸水并搅拌均匀,煮沸约 1 min,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

4.2 盐酸吸收液:将 80 mL 盐酸(1.5+98.5)、1 mL 碘化钾溶液(30 g/L)和 3 mL 淀粉溶液(4.1)混合。

4.3 碘酸钾标准贮存溶液〔 $c(1/6\text{KIO}_3)=0.005\text{ mol/L}$ 〕:称取 0.178 0 g 碘酸钾(基准物质)溶于水中,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4 碘酸钾标准滴定溶液〔 $c(1/6\text{KIO}_3)=0.000 5\text{ mol/L}$ 〕

4.4.1 配制:移取 100 mL 碘酸钾标准贮存溶液(4.3),置于 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 标定:称取 3 份 1.000 g 紫铜标样(硫含量<0.01%)分别平铺于预烧过的瓷舟(5.7)中,以下按 6.2 条进行。平行标定所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.5 mL,取其平均值。(标定前按 6.2.4~6.2.6 条测定 1~2 个低硫试样,不计算测定结果)。

4.4.3 碘酸钾标准滴定溶液(4.4)的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{V \times 0.016 03} \dots\dots\dots(1)$$

国家技术监督局 1991-12-14 批准

1992-10-01 实施

式中： c ——碘酸钾标准滴定溶液(4.4)的实际浓度，mol/L；

m ——称取紫铜标样中所含硫的质量，g；

V ——滴定消耗碘酸钾标准滴定溶液(4.4)的体积，mL；

0.016 03——与1.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液($c(1/6\text{KIO}_3)=1.000\text{ mol/L}$)相当的硫的质量，g。

5 仪器及装置

5.1 定硫装置，见图 1。

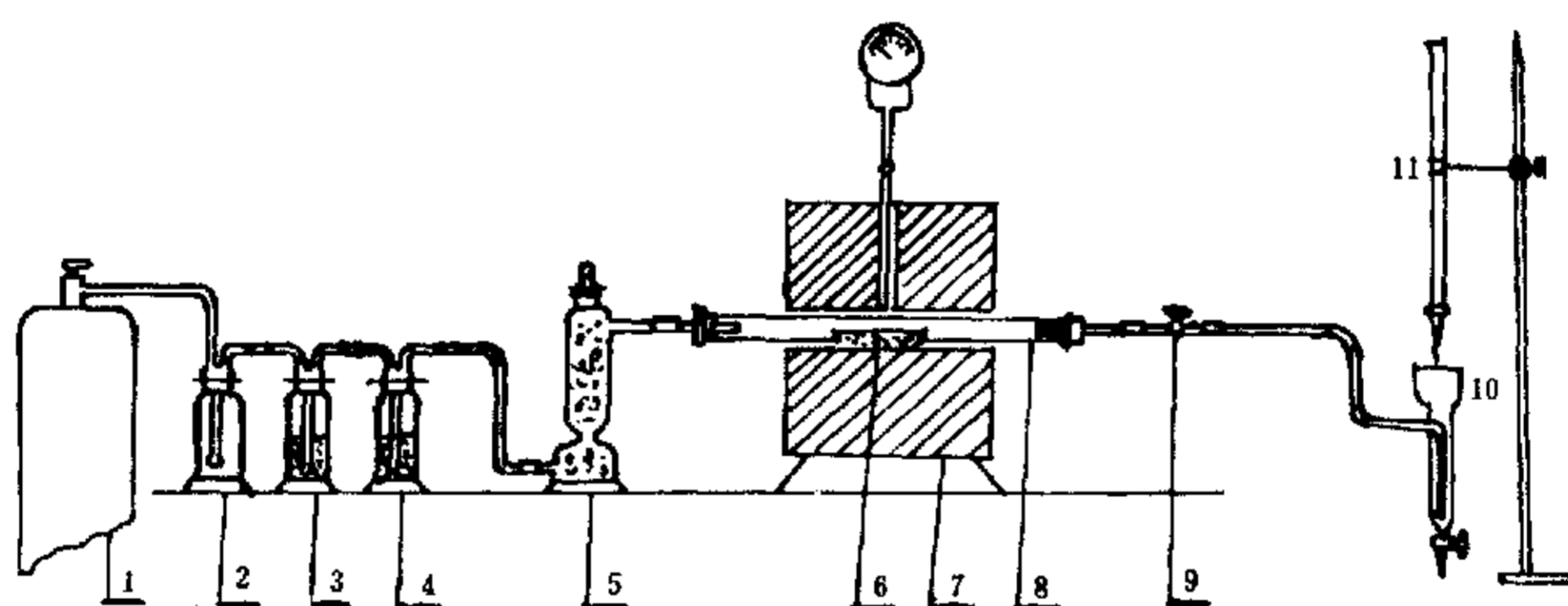


图 1 定硫装置示意图

1—氧气瓶；2—缓冲瓶；3、4—洗气瓶；5—干燥塔；6—无釉瓷舟；7—管式电炉；8—无釉瓷管；9—两通活塞；10—吸收瓶；
11—微量滴定管

5.2 氧气瓶：附氧气表，减压阀。

5.3 缓冲瓶（预防洗气瓶内溶液倒吸）。

5.4 洗气瓶 3：内盛 100~150 mL 重铬酸钾-硫酸洗液。

5.5 洗气瓶 4：内盛 100~150 mL 硫酸（ $\rho 1.84\text{ g/mL}$ ）。

5.6 干燥塔：下部盛氢氧化钾，中部隔玻璃棉，上部盛无水氯化钙，塔顶和塔底均铺有玻璃棉。

5.7 无釉瓷舟：长 93 mm（或 97 mm），使用前在 1 200℃ 的管式电炉中通氧灼烧 3~5 min，冷却后置于干燥器中备用。

5.8 管式电炉：装有硅碳棒的卧式电炉，附调压器、电流计、电压计、铂铑热电偶和高温计。

5.9 无釉瓷管（外径 24 mm，内径 20 mm，长 600 mm，一端为尖咀形）：使用前各部位在约 1 200℃ 灼烧 3~5 min。

5.10 两通活塞（防止吸收液倒吸）。

5.11 二氧化硫吸收瓶，见图 2。