

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
燃烧碘量法测定硫量

Methods for chemical analysis of iron ores
The combustion iodometric method for the
determination of sulfur content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.17-86

代替 GB 1368-78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硫量的测定。测定范围：0.002~0.50%。
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法的总则及一般规定》。

1 方法提要

将试样同三氧化钨混合，在 $1200 \pm 20^\circ\text{C}$ 高温炉中加热，以氮气作为载气。

在含淀粉及碘化钾的稀盐酸溶液中，吸收析出的二氧化硫，在析出的过程中连续以碘酸钾标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 三氧化钨（亦可用金属钨在 $700 \pm 20^\circ\text{C}$ 灼烧4~5h，中间打开炉门数次，使其充分氧化）。

2.2 盐酸（1+66）。

2.3 碘化钾（3%）。

2.4 淀粉溶液（2%）：称取2g淀粉，置于200ml烧杯中加10ml水使成悬浮液，加入50ml沸水搅拌，再加入30ml饱和硼酸，4~5滴盐酸（ $\rho 1.19\text{g/ml}$ ），冷却。稀释至100ml，混匀，待沉淀后，取上层清液使用。

2.5 碘酸钾标准溶液（0.001042mol/l）：称取0.2230g预先在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘2h并置于干燥器中冷至室温的基准碘酸钾溶于水中，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml相当于0.10mg硫。

3 仪器

3.1 燃烧装置示意图，见图1。

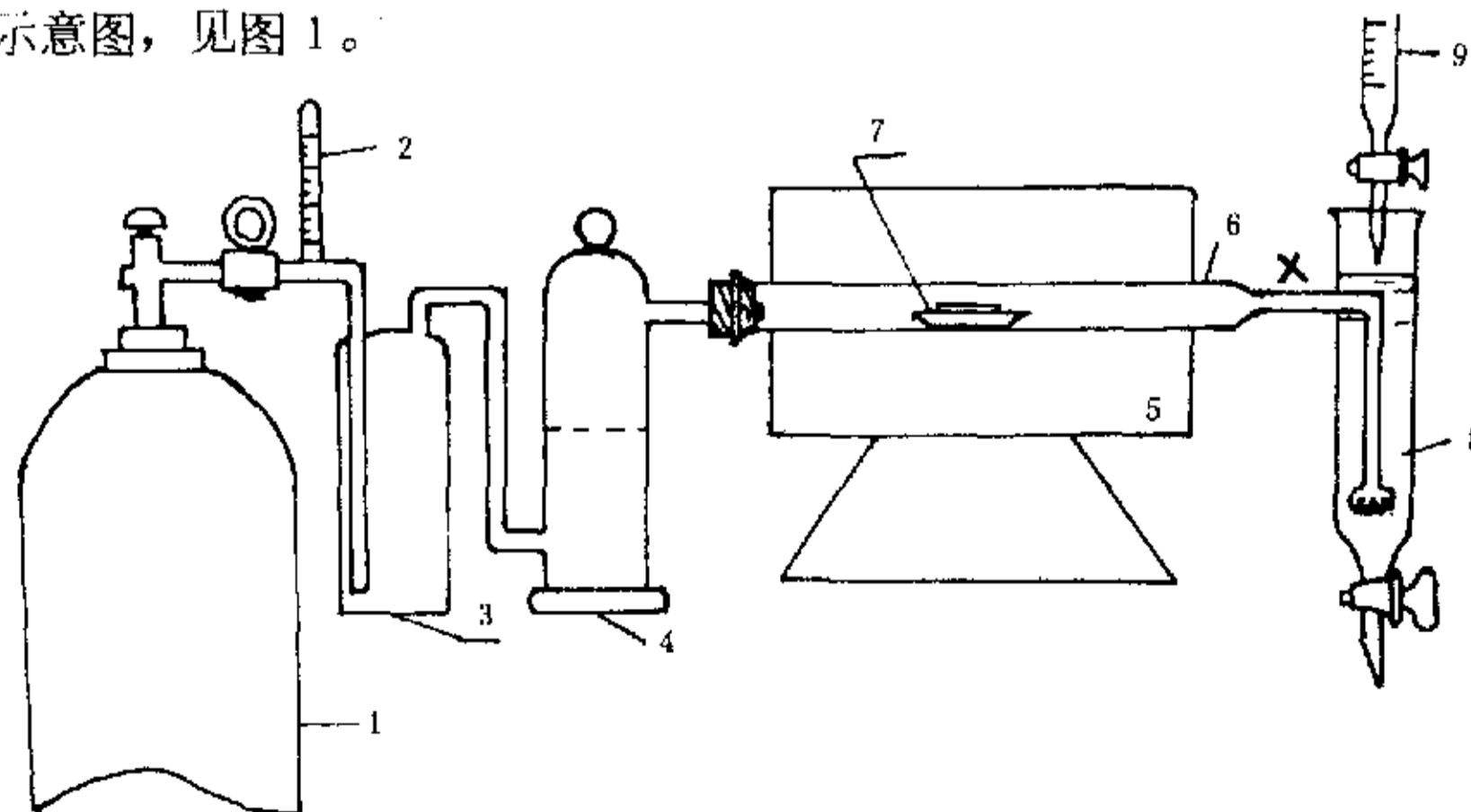


图1 燃烧装置示意图

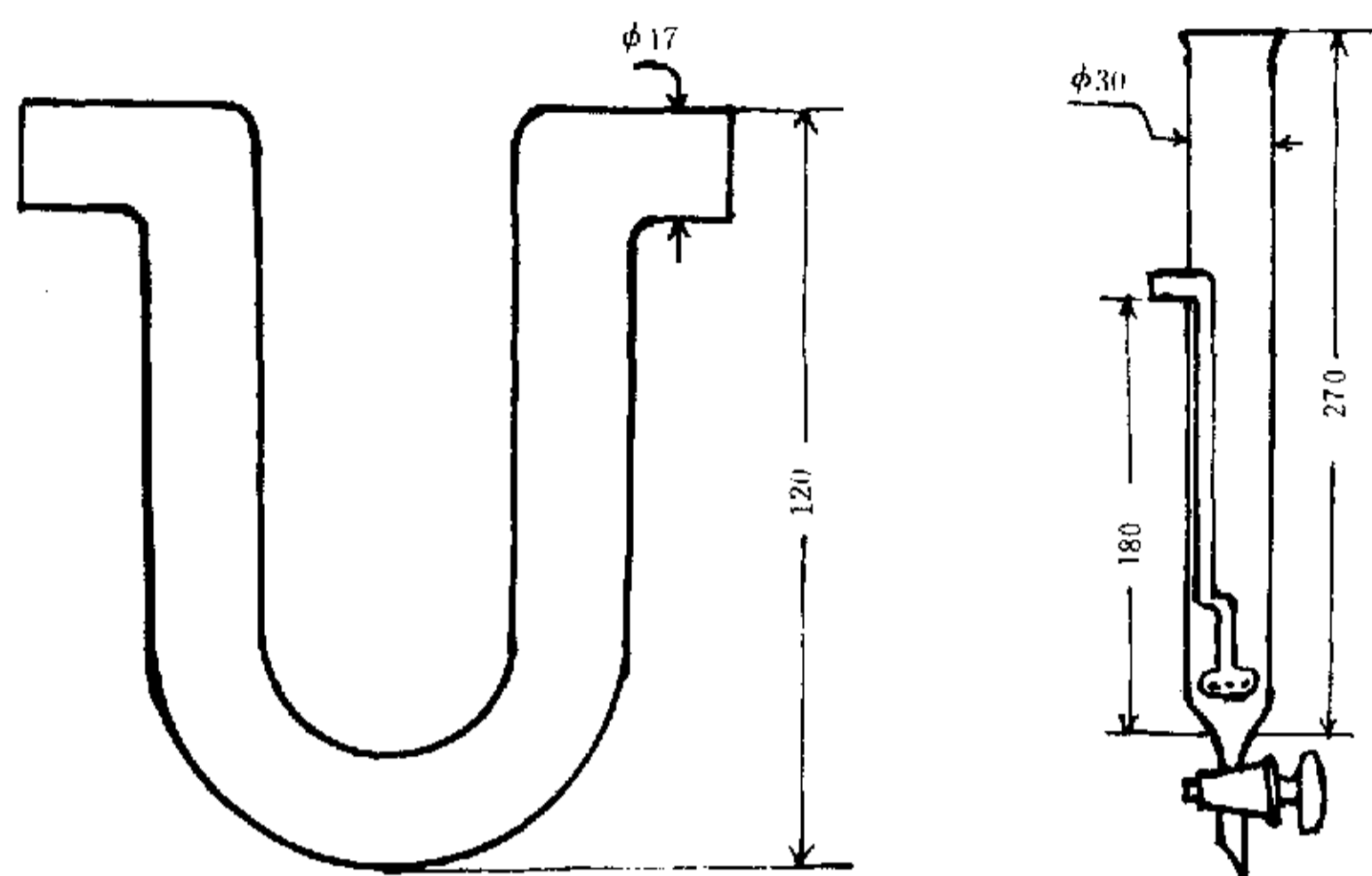


图 2 吸收器规格图

- a. 1 氮气钢瓶。
- b. 2 气体流量计：0 ~ 15 l/min。
- c. 3 洗气瓶：内盛高锰酸钾（5%）及氢氧化钾（40%）溶液。
- d. 4 干燥塔：下层装烧碱石棉（粒度14~24目），上层装无水高氯酸镁（粒度14~24目），顶端和底部放玻璃棉。
- e. 5 卧式燃烧炉：可保持 1200 ± 20 °C。
- f. 6 瓷管：耐温 1200 ± 20 °C，23 mm × 27 mm × 600 mm。
- g. 7 瓷舟（长88 mm，宽14 mm，深9 mm）和瓷舟罩（长83 mm，内径14 mm，外径18 mm）。
- h. 8 吸收器：如图 2，装吸收液用。
- i. 9 滴定管：25 ml（测定硫 < 0.025 %时，使用较精密的微量滴定管）。

3.2 U形吸收管：内径17 mm，内盛约30 g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，粒度14~24目），两端塞以玻璃棉，需用时安装在瓷管的出口处，图 1 中×点处。

注：如已知或认为试样含有氯化物，例如以氯化钠、方柱石、氯磷灰石存在，试样燃烧生成的氯气，应在吸收和滴定之前，使气流通过装有氯化亚锡的U形玻璃管，将其除去，当分析含氯化物大于1%的大量试样时，应适当更换氯化亚锡。当不知试样是否含有氯化物时，亦应配备氯化亚锡吸收管，此装置对测定没有影响。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 $100 \mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物含量高时，粒度应小于 $160 \mu\text{m}$ 。

4.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

5 分析步骤

5.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者，在不同时间内进行2~4次测定。

5.2 试样量

按表 1 称取试样。