

式中：

V_1 ——滴定试料消耗碘酸钾标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——滴定试料空白消耗碘酸钾标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

T ——碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度，单位为毫升每升(mg/L)；

m ——试料量，单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第三位。

9 精密度

硅酸盐岩石中硫量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度

%

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
S	0.005~0.38	$r=0.0313m^{0.46}$	$R=0.0578m^{0.41}$

注：本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试样进行实验确定的。



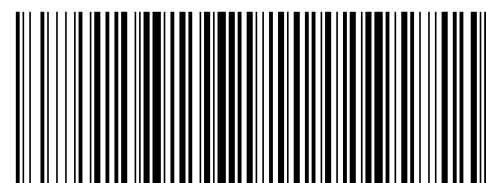
中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.13—2010
代替 GB/T 14506.13—1993

GB/T 14506.13—2010

硅酸盐岩石化学分析方法 第 13 部分：硫量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 13: Determination of sulfur content



GB/T 14506.13—2010

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·1-40957

定价：14.00 元

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

中华人民共和国
国家标准
硅酸盐岩石化学分析方法
第13部分:硫量测定
GB/T 14506.13—2010

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
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 0.5 字数 10 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

书号: 155066·1-40957 定价 14.00 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)68533533

5.2 瓷舟:经1000℃灼烧后使用。

5.3 天平:三级,感量0.1mg。

6 试样

6.1 试样粒径应小于74μm。

6.2 试样应在105℃预干燥2h~4h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按GB/T 14506.1进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

根据硫含量范围按表1称取试料量和分取试料溶液。

表1 试料量及分取试料溶液

含量范围/%	试料量/g	选取滴定溶液/(mmol/L)
<0.05	1.0	0.5196[4.12b)]
0.05~0.2	0.5	0.5196[4.12b)]
>0.2~0.5	0.2	1.040[4.12a)]
>0.5~1	0.1	1.040[4.12a)]

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 准备

在吸收瓶内加入吸收液(4.13),滴定管充满所需用的碘酸钾标准滴定溶液[4.12a)]或[4.12b)],将管式炉升温至1250℃~1350℃,打开抽气泵让气流通过整个测定系统,控制其流量为每秒通过吸收瓶2个~3个气泡,再逐段检查其密封情况,当确信其不漏气后,从滴定管向吸收器滴入碘酸钾标准滴定溶液至得到稳定的蓝色。

7.5.2 空白值的测定

向瓷舟加入0.5g氧化铜(4.11),取下陶瓷管端橡皮塞,将瓷舟放入管内,再用镍铬丝钩把瓷舟推入高温区,立即塞紧塞子,使气体通过吸收器,待吸收液褪色时,立即从滴定管加入碘酸钾标准滴定溶液,直至保持稳定的蓝色,记下读数。

7.5.3 测量

按(7.2)称取试料置于瓷舟中,加入0.5g氧化铜(4.11),以下按(7.5.2)分析步骤进行。

注:一般测定3次~4次后,更换新的吸收液,以保证终点变化敏锐、清晰。

8 结果计算

计算结果以质量分数w(S)计,数值以%表示,按式(2)计算硫量。

$$w(S) = \frac{(V_1 - V_0)T \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

称取 0.111 2 g 预先经 105 °C 干燥 2 h 的碘酸钾(KIO₃),溶解于含有 1 g 碘化钾(4.7)及 1 g 氢氧化钠(4.1)的水中,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

注:用含硫量与组成和试料相近的标准物质进行标定,由其求得滴定度计算试料的含硫量。

c) 碘酸钾标准溶液的标定

称取和分析试料成分和含硫量相近的标准物质三份,按(7.5.2)分析步骤进行。根据含硫量,大于 0.1% 硫的用碘酸钾标准溶液[4.12a)]滴定,小于 0.1% 硫的用碘酸钾标准溶液[4.12b)]滴定。

$$T = \frac{S}{V - V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T——碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

S——称取标准试料中含硫量,单位为毫克(mg);

V——滴定标准试料消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

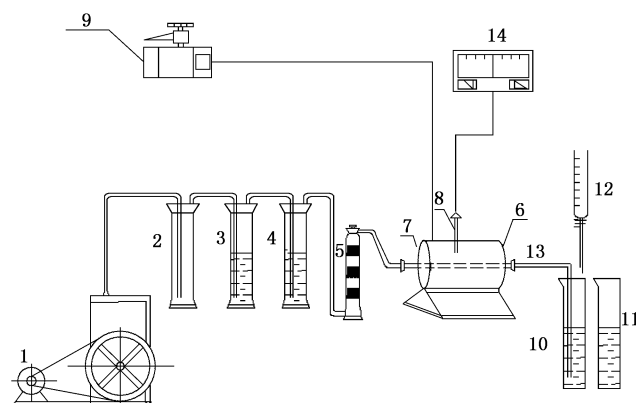
V₁——滴定试料空白消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.13 吸收液:称取 0.5 g 淀粉用少量水调成糊状,搅拌下加入 100 mL 沸水,煮沸 2 min,取下冷却,加 5 mL 盐酸(4.4),加水至 1 000 mL。

5 仪器和装置

5.1 硫量测定装置

硫量测定装置见图 1。



- 1——抽气泵;
- 2——缓冲瓶;
- 3——洗气瓶(内装 5% 高锰酸钾溶液);
- 4——洗气瓶(内装 5% 硫酸铜溶液);
- 5——干燥塔(内装无水固体氯化钙);
- 6——管式炉;
- 7——陶瓷管;
- 8——热电偶;
- 9——自动控温装置;
- 10、11——吸收杯(内装吸收液);
- 12——滴定管;
- 13——玻璃弯管;
- 14——温度指示。

图 1 硫量测定装置

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成:

- 第 1 部分:吸附水量测定;
- 第 2 部分:化合水量测定;
- 第 3 部分:二氧化硅量测定;
- 第 4 部分:三氧化二铝量测定;
- 第 5 部分:总铁量测定;
- 第 6 部分:氧化钙量测定;
- 第 7 部分:氧化镁量测定;
- 第 8 部分:二氧化钛量测定;
- 第 9 部分:五氧化二磷量测定;
- 第 10 部分:氧化锰量测定;
- 第 11 部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第 12 部分:氟量测定;
- 第 13 部分:硫量测定;
- 第 14 部分:氧化亚铁量测定;
- 第 15 部分:锂量测定;
- 第 16 部分:铷量测定;
- 第 17 部分:铯量测定;
- 第 18 部分:铜量测定;
- 第 19 部分:铅量测定;
- 第 20 部分:锌量测定;
- 第 21 部分:镍和钴量测定;
- 第 22 部分:钒量测定;
- 第 23 部分:铬量测定;
- 第 24 部分:镉量测定;
- 第 25 部分:钼和钨量测定;
- 第 26 部分:钨量测定;
- 第 27 部分:镍量测定;
- 第 28 部分:16 个主次成分量测定;
- 第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定;
- 第 30 部分:44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 14506.13—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量》。

本部分与 GB/T 14506.13—1993 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了警示、警告内容;
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。