

GB/T 5195.4—2006

#### 10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

GB/T 5195.4—2006

ICS 73.080  
D 52



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.4—2006  
代替 GB/T 5195.4—1985

## 萤石 硫化物含量的测定 碘量法

Fluorspar—Determination of sulfide content—  
Iodometric method

(ISO 4284:1993, MOD)



GB/T 5195.4—2006

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-28374

定价: 8.00 元

2006-08-16 发布

2007-01-01 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

5.1.1 洗气瓶。

5.1.2 平底烧瓶,装配一个分液漏斗和一个回流冷凝器。

5.2 电烘箱,温度可维持在  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

## 6 试样制备

按 GB/T 2008 规定制备样品。将试样在玛瑙钵中研细,使其全部通过 0.063 mm 的筛孔。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

试样于烘箱(5.2)  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  的温度下干燥 2 h。在干燥器中冷却后称取约 3 g 试料,精确至 1 mg。

试料中硫(S)含量不能超过 0.8 mg。当试料中含硫超过 0.03%(质量分数)试料需减少称样量。

### 7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

### 7.3 测定

在洗气瓶(5.1.1)中加入 50 mL 乙酸锌溶液(4.5)。将试料(7.1)加入平底烧瓶(5.1.2)中,加入 3 g 硼酸(4.1),装配好仪器(5.1)。通过分液漏斗加入 50 mL 盐酸(4.3)和 10 mL 氯化亚锡溶液(4.4)。在分液漏斗的颈部装入一个带玻璃管的单孔塞,以 50 mL/min 的速度向仪器内通入氮气或氩气(4.2)。将烧瓶煮沸 1 h,同时不断通气,然后取下洗气瓶。取下洗气瓶的进气管,快速加入 10.0 mL 的碘溶液(4.6)和 8 mL~10 mL 盐酸(4.3)。立即将进气管放进洗气瓶内,封闭洗气瓶的进出口,静止约 10 min。然后打开密封,仔细冲洗进气管,确保进气管上附着的硫化锌全部溶解,将洗涤液收入洗气瓶。用硫代硫酸钠溶液(4.7)反滴定未反应的碘,在到达终点前加入 1 mL 淀粉溶液(4.8),以蓝色消失为滴定终点,记录消耗的硫代硫酸钠溶液(4.7)体积。

## 8 结果计算

硫化物含量以硫(S)的质量分数  $w_s$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_s = \frac{(10.0 - V_1) - (10.0 - V_0)}{m} \times 100 \times 0.00016 = \frac{V_0 - V_1}{m} \times 0.016 \dots\dots (2)$$

如果所用标准溶液的浓度与试剂中所列不同,需作相应修正。

式中:

$V_0$ ——空白试验中硫代硫酸钠溶液(4.7)的体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——试料分析中硫代硫酸钠溶液(4.7)的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量(7.1),单位为克(g);

10.0——加到洗气瓶中的碘溶液(4.6)的体积,单位为毫升(mL);

0.00016——1.00 mL  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.010 \text{ mol/L}$  溶液所对应的以克表示的硫的质量,单位为克(g)。

## 9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

硫的质量分数	允许差
0.001~0.005	0.001
>0.005~0.010	0.002
>0.010~0.050	0.004
>0.050	0.008

中华人民共和国  
国家标准  
萤石 硫化物含量的测定 碘量法  
GB/T 5195.4—2006

\*

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.bzcb.com

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 9 千字

2006 年 12 月第一版 2006 年 12 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-28374 定价 8.00 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

4.7.3 碘化钾溶液:20%。

4.7.4 硫代硫酸钠标准溶液  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.10 \text{ mol/L}$  的标定:移取 20.00 mL 重铬酸钾标准溶液置于 300 mL 锥形瓶中,加入 8 mL 盐酸(4.3)、10 mL 碘化钾溶液(4.7.3),混匀,盖上表皿,迅速放入暗处,5 min~10 min 后取出,加入 100 mL 水,用硫代硫酸钠溶液滴定至浅黄色,加入 2 mL 淀粉溶液(4.8),继续滴定至溶液呈亮绿色为终点(最后几滴需剧烈震荡,以免过量)。

按式(1)计算硫代硫酸钠溶液的浓度  $c_1$ :

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c_1$ ——硫代硫酸钠的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_2$ ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定所消耗硫代硫酸钠的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

#### 4.8 淀粉溶液

将 1 g 研细的可溶淀粉在大约 10 mL 水中混合,慢慢地将此混合物加入到 200 mL 沸水中。继续煮沸 1 min,冷却后过滤至一个有玻璃塞的瓶子内。

### 5 仪器

实验室常用仪器。

5.1 气体发生和吸收装置(如图 1 所示)包括:

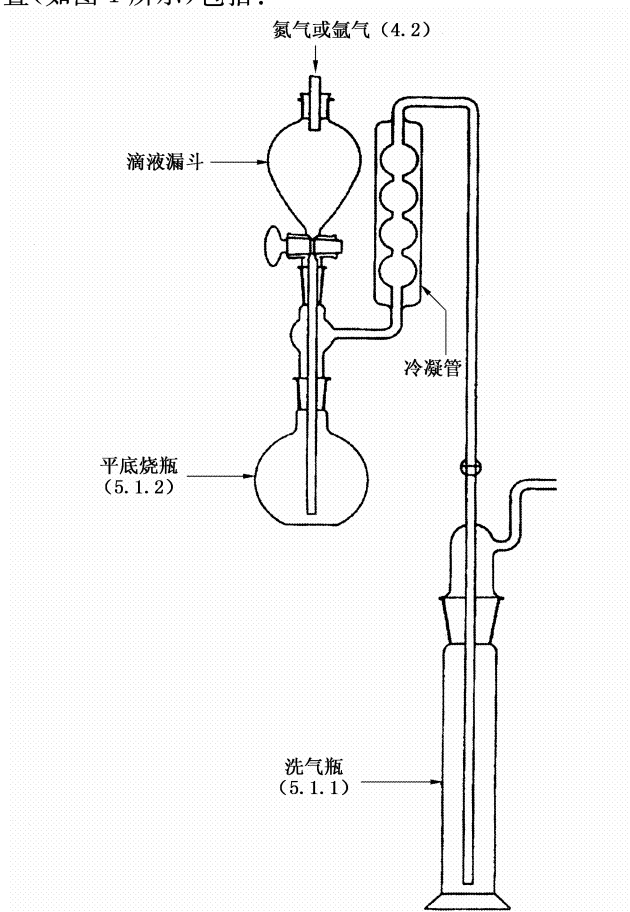


图 1 气路与吸收装置

## 前 言

本标准修改采用 ISO 4284:1993《酸级和陶瓷级萤石 硫化物含量测定 碘量法》(英文版)。

本标准与 ISO 4284:1993 比较,进行如下修改:

——将标题中“酸级和陶瓷级萤石”改为“萤石”。

——2 规范性引用文件中将“ISO 565《试验用筛》”和“ISO 8868《萤石 取样和制样》”改用“GB/T 2008《散装氟石取样、制样方法》”。

——在“4.6 碘标准溶液”中加入碘标准溶液的配制方法。

——在“4.7 硫代硫酸钠标准溶液”中加入硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定方法。

——增加了允许差内容。

本标准代替 GB/T 5195.4—1985《氟石化学分析方法 碘量法测定硫化物量》。

本标准是对 GB/T 5195.4—1985 的修订,与 GB/T 5195.4—1985 比较,主要进行如下修改:

——规范性引用文件中修改为“GB/T 2008 散装氟石取样、制样方法”。

——标准中使用 30 g/L 乙酸锌溶液代替原标准的 3% 乙酸镉溶液。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:首钢总公司。

本标准主要起草人:孟祥升、张芳、黄玉森、刘卫平、张东生。

本标准历次发布情况为:GB/T 5195.4—1985。