

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法
燃烧——碘酸钾滴定法测定硫量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用燃烧—碘酸钾滴定法测定硫量。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中硫量的测定。测定范围：0.003%~0.025%。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试样在高温炉中通氧燃烧，生成的二氧化硫用淀粉—碘化钾溶液吸收，再用碘酸钾标准溶液滴定。

4 试剂和仪器

4.1 无水氯化钙。

4.2 碘酸钾。

4.3 氢氧化钠。

4.4 碱石棉。

4.5 助熔剂：锡粒+还原铁粉(1+1)。

4.6 玻璃棉。

4.7 硫酸(密度 ρ 1.84 g/ml)。

4.8 盐酸(1+99)。

4.9 淀粉—碘化钾吸收溶液：称取9 g淀粉，用少量水调成糊状，加500 ml沸水，搅拌，煮沸溶解后，冷却，加15 g碘化钾，500 ml水，混匀。

4.10 碘酸钾标准溶液的配制和标定。

4.10.1 称取0.2225 g碘酸钾(4.2)溶于水中，加1 g氢氧化钠(4.3)，搅拌溶解后，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此为贮备溶液。

4.10.2 分取50 ml碘酸钾标准溶液(4.10.1)于1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.10.3 碘酸钾标准溶液的标定：称取三种含硫量与试样相近的标准样品各三份，按分析步骤进行标定。

按下式计算碘酸钾标准溶液的滴定度。

$$T = \frac{C \cdot m}{(V - V_0)} \times 100$$

式中：T——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度，g/ml；

C——标准样品中硫的百分含量；

m——试样量，g；

V——滴定标准样品时消耗碘酸钾标准溶液的平均体积，ml；