

中华人民共和国国家标准

锰铁及高炉锰铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

UDC 669.15'74
:543.062

GB 7730.9—88

Methods for chemical analysis of ferromanganese
and blast furnace ferromanganese

The combustion-neutralization titration method
for the determination of sulfur content

本标准适用于锰铁及高炉锰铁中硫量的测定。测定范围:0.015%~0.045%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样在高温下通氧燃烧,使硫全部氧化为二氧化硫,吸收于过氧化氢溶液中,使其成为硫酸,用氢氧化钠标准溶液滴定。

2 试剂及材料

本标准中所用水均为煮沸驱尽二氧化碳并已冷却的蒸馏水。

- 2.1 氧气:纯度大于 99.5%。
- 2.2 高温燃烧管: $\phi \times L$, mm:20~24×600。
- 2.3 瓷舟:预先在 1 400 ℃的高温燃烧管中通氧灼烧 5 min,冷却备用。
- 2.4 纯铁:粉状,硫量小于 0.001%。
- 2.5 锡粒:硫量小于 0.001%。
- 2.6 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。
- 2.7 碱石灰或氢氧化钠(粒状)。
- 2.8 铬酸饱和硫酸:于硫酸(ρ 1.84 g/mL)中加入重铬酸钾或无水铬酸使其饱和,使用其上部澄清溶液。
- 2.9 吸收液:移取 3.5 mL 过氧化氢(30%)用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 2.10 混合指示剂:称取 0.125 g 甲基红和 0.083 g 次甲基蓝,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 2.11 氨基磺酸标准溶液:称取约 0.100 0 g(精确至 0.1 mg)预先在真空硫酸干燥器中干燥约 48 h、纯度大于 99.90%的氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)于 300 mL 烧杯中,用 30 mL 水使之完全溶解,移入 500 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 2.12 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.005$ mol/L
 - 2.12.1 配制
称取 0.200 0 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中,加入 1 mL 新配制的氢氧化钡饱和溶液,混匀,隔绝二氧化碳放置 2~3 日,使用时取上部澄清溶液。
 - 2.12.2 标定
移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液(2.11)于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水,加入 10 滴溴百里

中华人民共和国冶金工业部 1988-02-02 批准

1989-03-01 实施

香酚蓝指示剂(0.1%),立即用氢氧化钠标准溶液(2.12)滴定至溶液由黄色变为蓝色并保持30s不褪色为终点。

2.12.3 计算

用120 mL水按2.12.2中自加入10滴溴百里香酚蓝指示剂(0.1%)起做空白试验。

按公式(1)计算氢氧化钠标准溶液的浓度:

$$c = \frac{1\,000 \times m \cdot f \times \frac{20}{500}}{97.093 \times (V_1 - V_0)} = \frac{m \cdot f \times 40}{97.093 \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c —— 氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度, mol/L;

m —— 氨基磺酸的称取量, g;

f —— 氨基磺酸的纯度, % (m/m);

V_1 —— 标定时所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_0 —— 标时空白试验所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

97.093 —— 氨基磺酸的摩尔质量, g/mol。

3 仪器及装置

3.1 定硫装置见图1:

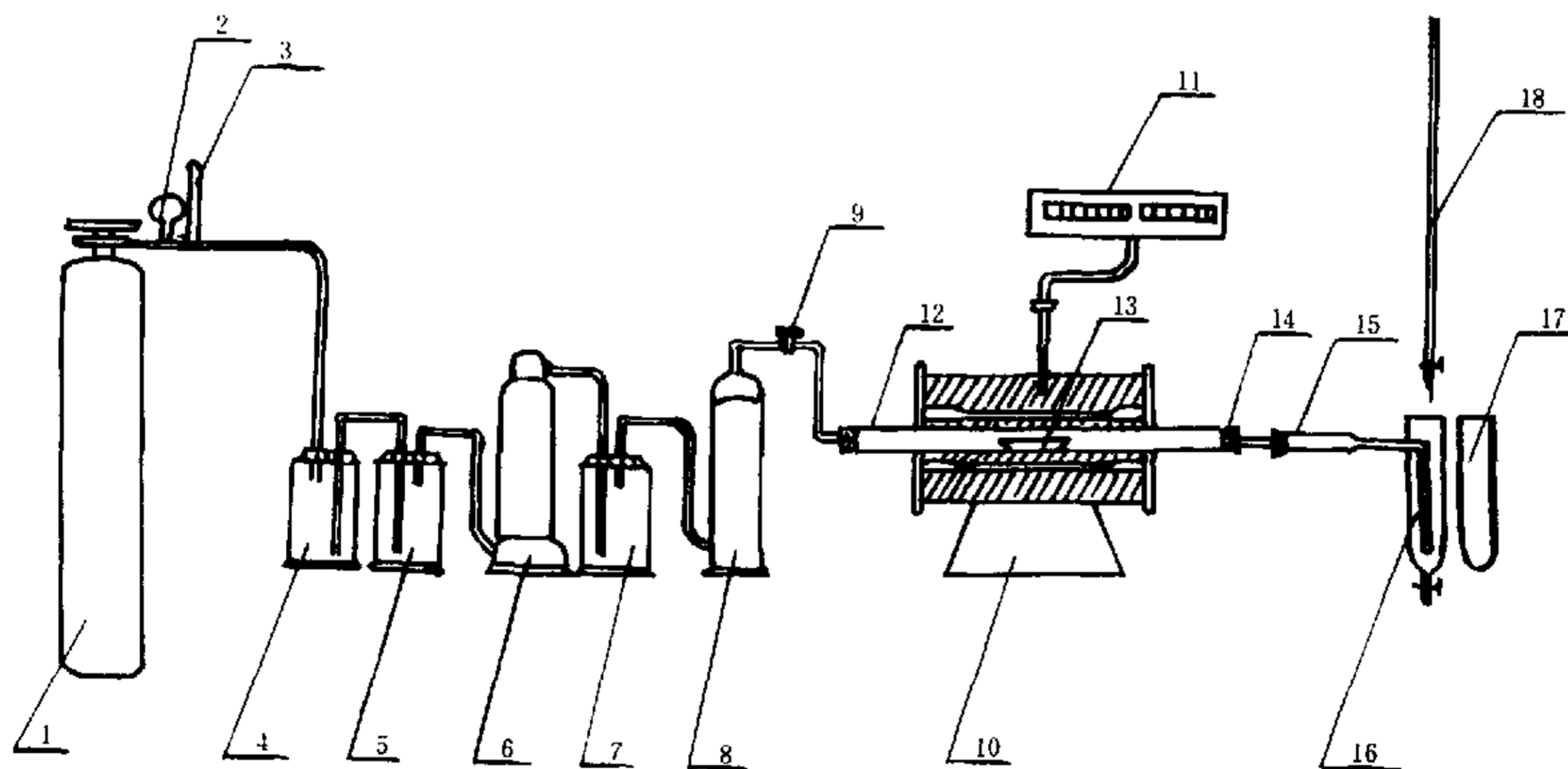


图 1

1—氧气瓶; 2—氧气压力表; 3—流量计; 4—缓冲瓶; 5—洗气瓶,内盛铬酸饱和硫酸; 6—干燥塔,内盛碱石灰或氢氧化钠(粒状); 7—洗气瓶,内盛硫酸(ρ 1.84 g/mL); 8—干燥塔,内盛硅胶、活性氧化铝; 9—两通活塞; 10—高温燃烧炉(长约300 mm); 11—自动温度控制器(附热电偶),控制炉温在1 400~1 450 °C; 12—高温燃烧管; 13—瓷舟; 14—硅胶塞; 15—干燥管; 16—吸收瓶(不带浮珠); 17—参比液; 18—微量滴定管

3.2 吸收瓶见图2: