

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法
色层分离硫酸钡重量法测定硫量

UDC 669.15/782
:543.21:546
.22
GB 4333.7-84

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
The chromatographic separation-barium sulfate
gravimetric method for the determination of
sulfur content

本标准适用于硅铁中硫量的测定。测定范围：0.005~0.025%。

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

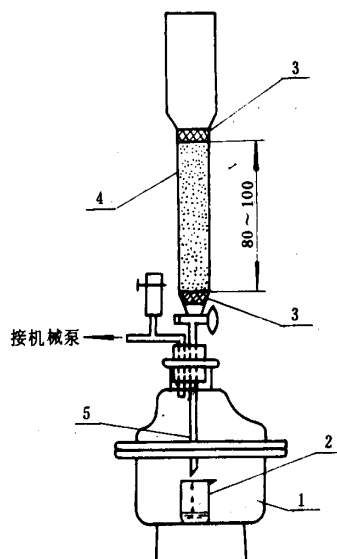
试样在溴液中，以硝酸、氢氟酸溶解，经高氯酸冒烟，用水溶解盐类后过滤。滤液通过活性氧化铝色层柱，除去大部分干扰元素，用稀氢氧化铵洗脱色层柱上的硫酸根离子，然后以硫酸钡重量法测定硫。

2 试剂与材料

- 2.1 硼酸。
- 2.2 硝酸（比重1.42）。
- 2.3 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.4 高氯酸（比重1.67）。
- 2.5 高氯酸（1+100）。
- 2.6 冰乙酸（比重1.05）。
- 2.7 盐酸（1+1）。
- 2.8 盐酸（1+20）。
- 2.9 氢氧化铵（1M）。
- 2.10 氢氧化铵（0.1M）。
- 2.11 溴（99%以上）。
- 2.12 过氧化氢（比重1.10）。
- 2.13 无水乙醇（99.5%）。
- 2.14 硝酸铵溶液（0.5%）。
- 2.15 硝酸银溶液（1%）。
- 2.16 氯化钡溶液（10%）：经慢速滤纸过滤后备用。
- 2.17 甲基红乙醇溶液（0.1%）。
- 2.18 硫标准溶液：称取1.1200g预先经105℃烘至恒量的硫酸钾（优级纯），置于烧杯中，加水溶解后，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml相当于3.00mg硫酸钡。
- 2.19 活性氧化铝：粒度小于80目的活性氧化铝，先用1M盐酸浸泡数小时，再用清水漂洗数次，每次将摇动后10s内尚未沉降的细粒倾去后备用。
- 2.20 脱脂棉。

3 仪器

3.1 氧化铝色层分离装置 (见图)。



1—干燥器；2—烧杯；3—脱脂棉；4—氧化铝；5—软塑料管

3.2 色层柱的制备：于25ml滴定管的底部放入少量脱脂棉，再用少量水将活性氧化铝(2.19)转入滴定管中，其高度为80~100mm，在活性氧化铝柱上端再放入少量脱脂棉。用50ml盐酸(2.8)分三次洗涤并通过色层柱，再用30ml水分二次洗涤色层柱，弃去洗液。以下按5.3.5款进行。滴加5ml氯化钡溶液(2.16)，如杯底不出现硫酸钡沉淀即可(否则应继续重复洗涤)。使用过的色层柱可用20ml水和10~15ml盐酸(2.8)通过色层柱使其再生后备用。色层柱的氧化铝约分析18个试样后，需用1M盐酸浸泡数小时才能再多次使用。

4 试样

试样应通过120目筛网。

5 分析步骤

5.1 试样量

试样中硫量为0.010~0.025%时，称取5.000g试样；硫量为0.005~0.010%时需称取两份试样，每份均称取5.000g试样。

5.2 空白试验

随同试样做两份空白试验，取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于600ml聚四氟乙烯烧杯中。加入100ml硝酸(2.2)、5ml溴(2.11)，然后加入1~2ml氢氟酸(2.3)。在电热板低温处加热至反应开始，取下，逐滴加入50~60ml氢氟酸(2.3)，使其缓慢分解。加入50ml高氯酸(2.4)，用少量水冲洗杯壁，加热蒸发至冒高氯酸烟并使溶液体积浓缩至30ml左右。取下稍冷，用少量水冲洗杯壁，继续加热至冒高氯酸烟，使溶液体积为20ml左右，取下冷却。加入150ml水和0.1g硼酸(2.1)，加热溶解盐类，保温20min。

5.3.2 用中速定量滤纸过滤，并用高氯酸(2.5)洗涤聚四氟乙烯烧杯和滤纸各4~5次，控制溶