

氟石化学分析方法 燃烧—碘酸钾容量法测定总硫量

UDC 549.454
: 543.273
: 546.22
GB 5195.5—85

Methods for chemical analysis of fluorspar
The combustion—potassium iodate volumetric method
for the determination of total sulfur content

本标准适用于氟石中总硫量的测定。测定范围：0.003～0.500%。

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1200～1250℃氮气流中燃烧，产生的二氧化硫被水吸收生成亚硫酸，以淀粉作指示剂，用碘酸钾标准溶液滴定至浅蓝色为终点。

2 试剂

2.1 无水硫酸钠：优级纯或基准试剂。

2.2 氟化钙。

2.3 盐酸（1+1）。

2.4 淀粉溶液（1%）：称取2g薯粉、1g氯化钠于研钵中，加少量水研匀，倾入约150ml沸水中，煮沸，取下冷却。加入饱和硼酸溶液30ml，用水稀释至200ml，搅匀静置。

2.5 淀粉吸收液（0.05%）：移取25.0ml淀粉溶液（2.4）的澄清液，加入400ml水、15ml盐酸（2.3），用水稀释至500ml，混匀。

2.6 碘酸钾标准贮存溶液（0.01N）：称取0.3567g碘酸钾（KIO₃）、1g碘化钾和2粒氢氧化钾，以水溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.7 碘酸钾标准溶液（0.001N）：移取50.00ml碘酸钾标准贮存溶液（2.6），置于500ml容量瓶中，加入1g碘化钾，以水稀释至刻度，混匀。

按上述相同的配制方法，配制0.002N碘酸钾标准溶液。

标定：称取与试样含硫量相近的标准试样（2.8）三份，置于瓷舟中，按5.3.6～5.3.8测定。随同做二份（用来配制标准试样的）氟化钙的空白试验。

按式（1）计算碘酸钾标准溶液对硫的滴定度：

$$T = \frac{C \cdot m}{V - V_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中：T——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度，g/ml；

C——标准试样的百分含量；

m——称取标准试样的量，g；

V——标准试样所消耗碘酸钾标准溶液体积的平均值（若极差值超过0.20ml时，应重新标定），ml；

V₀——空白试验所消耗碘酸钾标准溶液体积的平均值，ml。

2.8 标准试样的配制

2.8.1 将无水硫酸钠(2.1)和氟化钙(2.2)于 105 ± 1 °C干燥2h,并置于干燥器中冷至室温。

2.8.2 称取0.2215g无水硫酸钠(2.1)和4.7785g氟化钙(2.2),置于玛瑙研钵中,仔细研匀。标准试样的理论含硫量为1%。

2.8.3 称取0.5000g预先在 105 ± 1 °C干燥2h并置于干燥器中冷至室温的标准试样(2.8.2)和4.5000g氟化钙(2.2),置于玛瑙研钵中,仔细研匀。标准试样的理论含硫量为0.10%。

按3.8.3的配制方法,分别配制理论含硫量为0.05%,0.02%,0.005%的标准试样。

配制的标准试样,必须保证其均匀性。

3 仪器

燃烧—碘酸钾容量法测硫装置(见图1)。

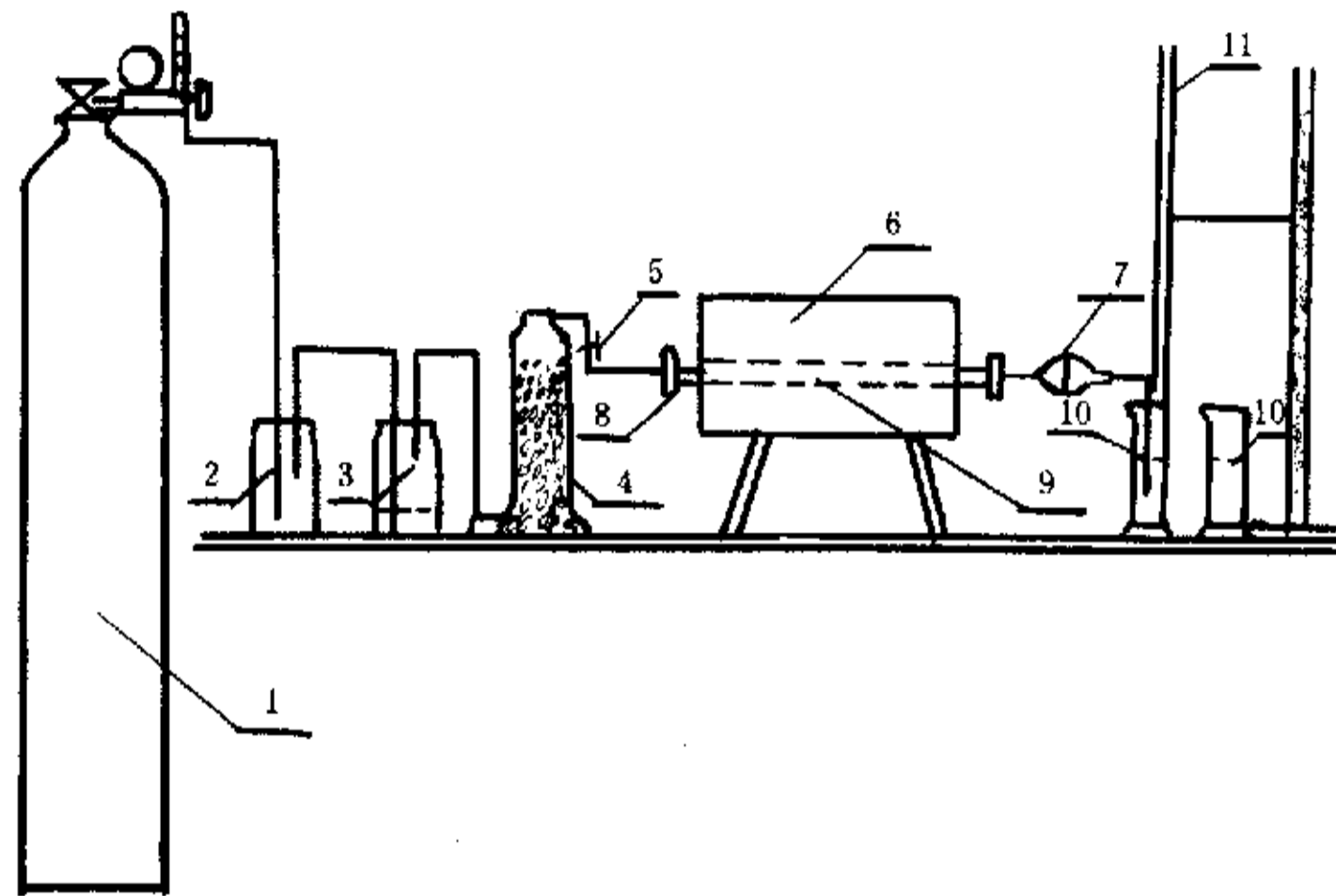


图 1

1—氮气瓶; 2—气体缓冲瓶; 3—洗气瓶; 4—干燥塔; 5—玻璃活塞;
6—管式电炉; 7—单球管; 8—瓷管; 9—瓷舟; 10—二氧化硫吸收杯
和参比溶液杯; 11—滴定管

3.1 氮气瓶,备有氧气流量表。

3.2 气体缓冲瓶。

3.3 洗气瓶,内盛100~150 ml硫酸(比重1.84)。

3.4 干燥塔,底部放固体氢氧化钾,中间放玻璃丝,上部放无水氯化钙。

3.5 玻璃活塞。

3.6 管式电炉,最高温度1350 °C。

3.7 单球管,内放少量干燥的脱脂棉或玻璃丝。

3.8 瓷管(无釉,外径25mm、内径20mm,长600mm),使用前各部分需在测定条件下灼烧10min。

3.9 瓷舟(无釉,77mm或88mm),在测定条件下灼烧,直至吸收液保持浅蓝色1min不退。贮于干燥器中备用。

3.10 二氧化硫吸收杯和参比溶液杯(见图2)。