



YS/T514.5-2006

中华人民共和国国家标准

高钛渣、金红石化学分析方法

燃烧-碘量法测定硫量

UDC 549.514.6
:543.273
:546.22
GB 4102.5-83

Methods for chemical analysis of
high-titanium slag and rutile
The direct combustion-iodimetric method for
the determination of sulfur content

调整为: YS/T 514.5-2006

本标准适用于高钛渣、金红石中硫量的测定。测定范围: 0.010~1.00%。
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

试样在氧化铜助熔剂存在下, 于氧气流中 $1300 \pm 20^\circ\text{C}$ 燃烧, 生成的二氧化硫被水吸收生成亚硫酸, 以淀粉作指示剂, 用碘标准溶液滴定, 借此测定硫量。

2 试剂

2.1 硫酸铅(于 800°C 灼烧2 h, 保存于干燥器中)。

2.2 氧化铜(经 1000°C 灼烧4 h, 冷却)。

2.3 盐酸(1+1)。

2.4 淀粉吸收溶液: 称取1.0g可溶性淀粉, 以少量水搅拌呈糊状, 加入100ml沸水, 置于电炉上加热至全部溶解, 取下, 冷至室温, 加入5 ml盐酸(2.3), 以水稀释至2500ml, 混匀。

2.5 碘标准溶液(0.01N): 称取1.25g碘, 溶于100ml 14%碘化钾溶液中, 以水稀释至1000ml, 混匀。贮存于棕色瓶中。

2.6 碘标准溶液(0.005N): 取0.01N碘标准溶液500ml, 加水稀释至1000ml, 混匀, 贮存于棕色瓶中。

标定: 称取0.00150~0.00250g(以感量为0.01mg的天平称取)硫酸铅(2.1)3份, 置于瓷舟中, 以下按5.4.3款进行(与分析试样同时进行标定)并随同做空白试验。

按式(1)计算碘标准溶液对硫的滴定度(取平均值):

$$T = \frac{m \times 0.1057}{V - V_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中: 0.1057——硫酸铅换算为硫的换算因数;

T ——碘标准溶液对硫的滴定度(g/ml);

V ——硫酸铅中硫所消耗碘标准溶液的体积, ml;

V_0 ——空白试验所消耗碘标准溶液的体积, ml;

m ——硫酸铅质量, g。

3 仪器

3.1 管式炉。

3.2 测定装置(见图1、图2)。

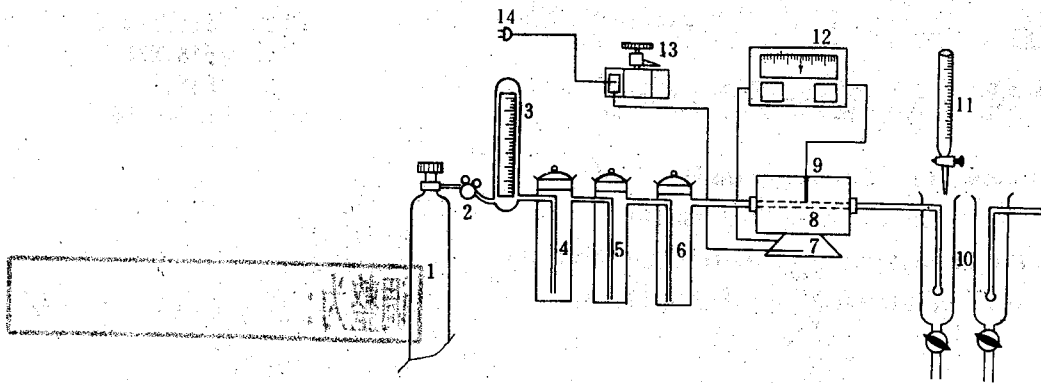


图 1

1—氧气瓶；2—减压阀；3—流量计；4—高锰酸钾（5%）及氢氧化钾溶液（40%）洗涤瓶；5—浓硫酸洗涤瓶；6—无水氯化钙干燥塔；7—管式炉；8—装瓷舟用的瓷管；9—热电偶；10—吸收管及参比溶液管；11—滴定管；12—温度控制器；13—可调变压器；14—电源插头

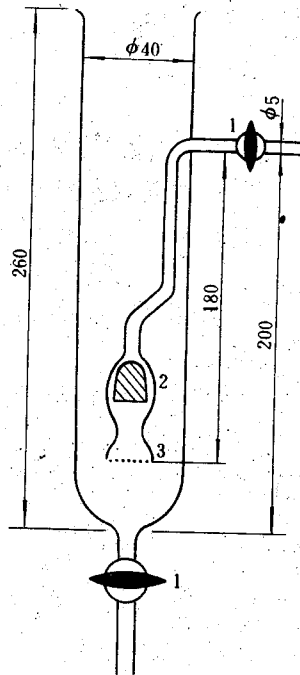


图 2

1—二通活塞；2—磨口浮标；3—均匀的多孔出气嘴

3.3 瓷管：21×25×600mm锥形管，瓷管口与炉口相距120~140mm。

注：瓷管在使用前必须在测定温度下充分灼烧（一般需2~3h）。新换瓷管和乳胶管应在测定前预先燃烧一个含硫量较高的试样，每次操作第一个试样不计算结果。

3.4 瓷舟：88或96mm于900℃灼烧4h，保存于干燥器中。

3.5 不锈钢钩。