

氧化钼块化学分析方法

YB/T 5040—93

硫酸钡重量法测定硫

Chemical analysis of lump molybdenum oxide
The determination of sulfur by the
gravimetric method of barium sulfate

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》。

本标准适用于氧化钼块中硫量的测定，氧化钼粉亦可参照使用。测定范围：0.200~1.00%。

1 方法提要

试样以饱和氯酸钾-硝酸溶解，用盐酸赶除硝酸根和氯酸根，过滤后，残渣先以氢氟酸处理，再用无水碳酸钠熔融，浸取熔块，以盐酸酸化，过滤于主液中。试液以柠檬酸掩蔽铁、锡、锑等，用过氧化氢络合钼，在 0.12N 盐酸溶液中，加氯化钡使硫酸根与钡离子生成硫酸钡沉淀，过滤，灼烧，称重。

2 试剂

- 2.1 无水碳酸钠：优级纯。
- 2.2 硝酸：比重 1.42。
- 2.3 氢氟酸：比重 1.12。
- 2.4 盐酸：比重 1.19。
- 2.5 盐酸：1+1。
- 2.6 饱和氯酸钾-硝酸 (2.2)。
- 2.7 氢氧化铵：比重 0.90。
- 2.8 氢氧化铵：1+1。
- 2.9 过氧化氢：比重 1.10。
- 2.10 柠檬酸溶液：50g 柠檬酸溶于 100ml 水中。
- 2.11 氯化钡溶液：10g 氯化钡溶于 100ml 水中。
- 2.12 盐酸洗涤液：取 5 ml 盐酸 (2.4)，加 985ml 水、10ml 氯化钡溶液 (2.11)，摇匀。
- 2.13 硝酸银溶液：1g 硝酸银溶于 100ml 水中。
- 2.14 甲基橙溶液：1g 甲基橙溶于 100ml 水中。

3 试样

- 3.1 试样需通过 160 目/英寸筛。
- 3.2 试样需在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘至恒重。

4 分析步骤

4.1 称取 1.0000g 试样 (随同试样做试剂空白)，置于 300ml 锥形瓶中，加 20ml 饱和氯酸钾-硝酸 (2.6)，低温加热溶解，溶解毕，溶液蒸至 5ml 左右，继续加入 10ml 饱和氯酸钾-硝酸 (2.6)，蒸干，加入 10ml 盐酸 (2.4)，蒸干，继续分别二次加入 5ml 盐酸 (2.4)，蒸干，加 10ml 盐酸 (2.5)、约

40ml 水, 微热溶解盐类, 以中速双层滤纸过滤, 用盐酸洗涤液 (2.12) 洗净锥形瓶, 并洗涤残渣 5 或 6 次, 保留滤液为主液。

4.2 将残渣连同滤纸移入铂皿中, 烘干, 灰化, 在 700~750℃ 高温炉中灼烧 10~15min, 取出冷却后, 加 3ml 硝酸 (2.2)、5ml 氢氟酸 (2.3), 加热蒸干, 除硅后, 再在 700~750℃ 高温炉中灼烧 10~15min, 取出, 冷却后, 加 3g 无水碳酸钠 (2.1), 在 1000℃ 高温炉中熔融 5 min, 取出冷却后, 置于 300ml 烧杯中, 用 50ml 水浸出熔块, 洗净铂皿, 加 10ml 盐酸 (2.4), 熔块溶解后, 过滤于主液中。

4.3 在溶液中加入 3 ml 过氧化氢 (2.9), 煮沸, 待出现大气泡后, 取下, 稍冷, 加 15ml 柠檬酸溶液 (2.10)、2~3 滴甲基橙溶液 (2.14), 先以氢氧化铵 (2.7) 调节, 然后再以氢氧化铵 (2.8) 调节至黄绿色, 再以盐酸 (2.5) 中和至橙黄色, 并过量 6ml, 保持体积约 300ml。

4.4 加热煮沸 2~3 min, 在沸腾状态下逐滴加入 10ml 氯化钡溶液 (2.11), 煮沸 2 min, 保温 30min, 静止 4 h 以上。

4.5 以双层中速滤纸过滤, 用盐酸洗涤液 (2.12) 洗净烧杯, 并洗沉淀 5 或 6 次, 继续以热水洗至无氯离子〔用硝酸银溶液 (2.13) 检查〕。

4.6 将沉淀连同滤纸移入已恒重的铂坩埚中, 烘干, 灰化, 在 800~850℃ 高温炉中灼烧 20~30min, 取出, 置于干燥器中, 冷却至室温, 称重, 反复灼烧, 直至恒重。

注: 灰化滤纸时, 温度不宜过高, 更不宜着火, 以免发生机械损失。

5 分析结果的计算

按下式计算硫的百分含量:

$$S (\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \times 0.1373 \times 100$$

式中: m_1 ——硫酸钡和铂坩埚重量, g;

m_2 ——盛硫酸钡的铂坩埚重量, g;

m_3 ——试剂空白和铂坩埚重量, g;

m_4 ——盛试剂空白的铂坩埚重量, g;

m ——称样量, g;

0.1373——硫酸钡换算成硫的系数。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值不能超过下表所示值, 室内允许差应小于表中所列值。

含 硫 量	允 许 差
0.200~0.500	0.040
>0.500~1.00	0.060

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由上海铁合金厂负责起草。

本标准由吉林铁合金厂起草。

本标准主要起草人蒋心芬。