

中华人民共和国黑色冶金行业标准

氧化钼块化学分析方法

燃烧-碘酸钾容量法测定硫

YB/T 5041—93

Chemical analysis of lump molybdenum oxide
The determination of sulfur by the volumetric
method of combustion-potassium iodate

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：0.040~0.200%。

1 方法提要

试样中硫在高温氧气流中燃烧，生成二氧化硫，被酸性淀粉溶液吸收后，以碘酸钾标准溶液滴定，滴定至浅蓝色为终点，根据碘酸钾标准溶液的消耗量，计算试样的含硫量。

2 试剂

2.1 三氧化钼：基准试剂。

2.2 硫酸铅：基准试剂。

2.3 碘酸钾：固体。

2.4 碘化钾：固体。

2.5 氢氧化钾：固体。

2.6 可溶性淀粉。

2.7 铋粒：含铋量大于99%，不含硫。

2.8 无水氯化钙。

2.9 硅胶。

2.10 脱脂棉。

2.11 盐酸：比重1.19。

2.12 硫酸：比重1.84。

2.13 氢氧化钾溶液：40g 氢氧化钾（2.5）溶解于100ml 水中。

2.14 淀粉溶液：称取10g 可溶性淀粉（2.6）放入烧杯中，加水调成糊状，在不断搅拌下加入沸水500ml，煮沸1min，冷却后，加入溶有15g 碘化钾（2.4）的100ml 水，再用水稀释至1000ml。

2.15 吸收液：15ml 盐酸（2.11），用水稀释至1000ml。

2.16 碘酸钾标准溶液：

2.16.1 配制：称取0.2225g 碘酸钾（2.3）、1.5g 碘化钾（2.4）、0.1g 氢氧化钾（2.5），溶解于水中，用水稀释至1000ml。

2.16.2 标定：称取与试样中硫含量相近似的硫酸铅（预先在800℃灼烧2h后，置于干燥器中，冷却至室温）基准试剂（2.2）及与称样量相近似的三氧化钼基准试剂（2.1）各三份，使其均匀分布在三个瓷舟（3.10）中部，加2.5g 铋粒（2.7），以下按分析步骤第5.2条进行，三份所消耗碘酸钾标准溶液的极差值不得超过0.2ml，取其平均值。

2.16.3 碘酸钾标准溶液对硫的滴定度：

中华人民共和国冶金工业部1993-12-08批准

1994-01-01实施

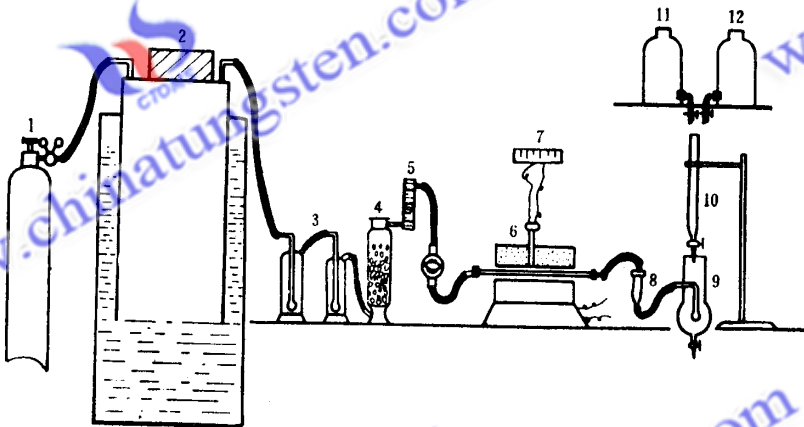
按下式计算碘酸钾标准溶液对硫的滴定度:

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

式中: T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/ml;
 V ——三份所消耗碘酸钾标准溶液的平均体积, ml;
 m ——称硫酸铅量, g;
 0.1057——硫酸铅换算成硫的系数。

3 仪器

- 3.1 氧气瓶。
- 3.2 氧气表。
- 3.3 缓冲桶。
- 3.4 洗气瓶: 内盛硫酸 (2.12)。
- 3.5 洗气瓶: 内盛氢氧化钾溶液 (2.13)。
- 3.6 干燥塔: 内盛硅胶 (2.9) 和无水氯化钙 (2.8)。
- 3.7 流量计。
- 3.8 玻璃活塞。
- 3.9 瓷管: 600×27×23mm。
- 3.10 瓷舟: 88mm 或 97mm。
- 3.11 除尘管。
- 3.12 吸收杯。
- 3.13 滴定管: 25ml 或 50ml。
- 3.14 燃烧炉。
- 3.15 温度控制器。
- 3.16 金属钩: 用镍铬丝或纯铜丝制成。



硫的测定装置图

- 1—氧气瓶; 2—氧气表; 3—洗气瓶; 4—干燥塔; 5—流量计; 6—管式炉; 7—温度控制器;
 8—除尘管; 9—吸收器; 10—滴定管; 11—碘标准溶液; 12—淀粉溶液

4 试样

4.1 试样需通过 160 目/英寸筛。

4.2 试样需在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘至恒重。

5 分析步骤

5.1 将燃烧炉温度调到 1350°C ，氧气流量调到 $1.6\text{L}/\text{min}$ ，检查气路无漏气现象后，将 60ml 吸收液 (2.15) 和 2ml 淀粉溶液 (2.14) 注入吸收杯 (3.12) 中，通氧滴加碘酸钾标准溶液至浅蓝色。

注：气路需保持干燥。

5.2 称取 0.5000g 试样，均匀放入瓷舟 (3.10) 中部，加 2.5g 铋粒 (2.7)，打开橡皮塞，用金属钩 (3.16) 将瓷舟推入燃烧炉中瓷管 (3.9) 的高温区内，立即塞紧橡皮塞，预热 30s ，先开通氧玻璃活塞 (3.8)，通氧流量保持 $1.6\text{L}/\text{min}$ ，再打开吸收杯活塞 (3.8) 待吸收杯 (3.12) 内蓝色消失后立即滴加碘酸钾标准溶液 (2.16)，滴至蓝色不再消失，关闭吸收杯活塞 (3.8)，停 $15\sim 20\text{s}$ ，再重新打开吸收杯活塞 (3.8)，使吸收杯内蓝色同滴定前溶液颜色一致，即为终点。关闭吸收杯活塞及通氧活塞，拉出瓷舟，读取碘酸钾标准溶液消耗量。

注：① 瓷舟使用前，经 1350°C 灼烧，除去空白。

② 仪器安装正常后，先用含硫高的试样作 2 次分析后，再进行欲测试样分析。

③ 除尘管内脱脂棉需经常更换，否则结果偏低。

6 分析结果的计算

按下式计算硫的百分含量：

$$S (\%) = \frac{T \cdot V}{m} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：T——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度， g/ml ；

V——滴定试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积， ml ；

m——称样量， g 。

7 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	含 硫 量	允 许 差
0.040~0.080	0.015	>0.120~0.160	0.025
>0.080~0.120	0.020	>0.160~0.200	0.030

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。

本标准主要起草人董野。