

ICS 71. 100. 99

G 74

备案号: 50894—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4854—2015

常温氧化铁脱硫剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition in iron oxide
desulfurization sorbent at room temperature

2015-07-29 发布

2016-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、华烁科技股份有限公司、北京三聚环保新材料股份有限公司。

本标准主要起草人：贺艳、魏华、孙国双、邱爱玲、肖安陆、倪雪梅。

常温氧化铁脱硫剂化学成分分析方法

警告：本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了常温氧化铁脱硫剂化学成分分析方法。

本标准适用于在常温条件下脱除各种化工原料气中硫化氢的氧化铁脱硫剂中的三氧化二铁（ Fe_2O_3 ）、二氧化硅（ SiO_2 ）、氧化钠（ Na_2O ）、氧化钾（ K_2O ）、氧化钙（ CaO ）、氧化镁（ MgO ）和烧失量质量分数的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

4 采样

4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在瓷研钵中破碎研细。再用四分法分取约 20 g，继续研细至试样全部通过 150 μm 试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。置于称量瓶中，于 105 $^{\circ}\text{C}$ ～110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量。取出，放入干燥器内，冷却至室温，备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸。

4.3.1.2 高氯酸。

4.3.1.3 盐酸溶液：1+1。

4.3.1.4 硫酸溶液：1+1。

4.3.1.5 盐酸溶液：2+98。

4.3.2 操作步骤

4.3.2.1 试液 A 的制备

称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中, 用水润湿。在通风橱内加入 20 mL 盐酸溶液 (见 4.3.1.3), 盖上表面皿, 于 70 °C~80 °C 加热使试料溶解。溶解后用水冲洗表面皿和烧杯内壁, 稀释至约 80 mL, 摇匀。加热至 60 °C~70 °C, 趁热用慢速滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中, 用热的盐酸溶液 (见 4.3.1.5) 洗涤烧杯及滤纸 8 次。待容量瓶中溶液冷却至室温后, 用水稀释至刻度, 摇匀。必要时, 干过滤。

4.3.2.2 试液 B 的制备

称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中, 用水润湿。在通风橱内加入 20 mL 硫酸溶液, 盖上表面皿, 加热使试料溶解至冒浓白烟。取下, 冷却后用水冲洗表面皿和烧杯内壁。转移至 250 mL 容量瓶中, 待容量瓶中溶液冷却至室温后, 用水稀释至刻度, 摇匀。必要时, 干过滤。

4.3.2.3 试液 C 的制备

称取约 2.5 g 试样, 精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中, 用水润湿。加入 20 mL 盐酸, 盖上表面皿, 加热 (切勿沸腾)。待试料完全溶解后, 用少量水冲洗表面皿及烧杯壁, 加入 20 mL 高氯酸, 在沙浴 (或可调温电炉) 上加热蒸发至高氯酸冒白烟。继续蒸发至烧杯内溶液体积小于 10 mL 时 (切勿蒸干) 取下, 冷却后加入 100 mL 沸水, 加热煮沸使可溶性盐类全部溶解。取下, 用中速滤纸过滤, 用热的盐酸溶液 (见 4.3.1.3) 洗涤滤纸 5 次, 再用温水洗涤滤纸, 将滤液及洗液移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。保留滤纸上的沉淀 D, 用于二氧化硅质量分数的测定。

5 三氧化二铁 (Fe₂O₃) 质量分数的测定——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 络合滴定法

5.1 原理

在溶液 pH 值为 1.3~2.0、温度为 60 °C~70 °C 条件下, 以 5-磺基水杨酸为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定试料溶液中的 3 价铁, 2 价铁预先用过硫酸铵氧化为 3 价铁后一起被滴定。

5.2 试剂

5.2.1 氨水溶液: 1+1。

5.2.2 盐酸溶液: 1+1。

5.2.3 过硫酸铵溶液: 200 g/L。

5.2.4 氯乙酸溶液: 200 g/L。

5.2.5 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.2.6 5-磺基水杨酸指示液: 200 g/L。

5.3 分析步骤

量取 10.00 mL 试液 B, 置于 250 mL 烧杯中。加入 15 mL 水, 边搅拌边滴加氨水溶液至溶液中出现少量沉淀, 保持 1 min。滴加 1 滴~2 滴盐酸溶液使沉淀溶解, 加入 10 mL 氯乙酸溶液和 150 mL 水。将溶液加热到 65 °C~70 °C, 加入 1 mL 过硫酸铵溶液、0.5 mL 5-磺基水杨酸指示液, 趁热快速用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

5.4 结果计算

三氧化二铁 (Fe₂O₃) 质量分数 w_1 , 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{V/1000 \times 2 \times cM}{m} \times 100\% = \frac{VcM}{2000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m——分取试料的质量的数值, 单位为克 (g);

M——三氧化二铁的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=159.69$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30 %。

6 二氧化硅 (SiO₂) 质量分数的测定——高氯酸脱水法

6.1 原理

试料溶液中的硅经高氯酸脱水形成难溶性胶体硅胶，经过滤与其他可溶性干扰物质分离，灼烧后加入氢氟酸并加热，使硅成为四氟化硅挥发，差减量即为二氧化硅的质量。

6.2 试剂和材料

6.2.1 氢氟酸。

6.2.2 硫酸溶液：1+1。

6.2.3 铂坩埚：容量为 30 mL。

6.3 分析步骤

将 4.3.2.3 中过滤分离的沉淀 D 连同滤纸放入铂坩埚中，置于电炉上使滤纸烘干并焦化完全，再放入 900 °C 高温炉中灼烧 1 h 至恒量，取出，置于干燥器中冷却至室温，称重，精确至 0.000 1 g。

沿铂坩埚壁滴加 5 滴硫酸溶液、5 mL 氢氟酸，置于通风橱内的电炉上加热蒸干，再放入 900 °C 高温炉中灼烧 40 min 至恒量，取出，置于干燥器中冷却至室温，称重，精确至 0.000 1 g。

6.4 结果计算

二氧化硅 (SiO₂) 质量分数 w_2 ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀和坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——氢氟酸处理后沉淀和坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30 %。

7 氧化钠 (Na₂O) 质量分数的测定

7.1 火焰光度法 (仲裁法)

7.1.1 原理

在微酸性溶液中，用火焰光度法直接测定试料溶液中的钠，用工作曲线法定量。标准系列溶液与试料溶液的酸度应保持一致。共存元素对测定无干扰。

7.1.2 试剂

7.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.1.2.2 氧化钠 (Na₂O) 标准溶液：1 mg/mL。

称取于 500 °C ~ 600 °C 灼烧至恒量的氯化钠 1.886 g，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯瓶中。

7.1.2.3 氧化钠 (Na₂O) 标准溶液：100 g/mL。

量取 10.00 mL 氧化钠标准溶液 (见 7.1.2.2)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.1.3 仪器

火焰光度计：附有钠干涉滤光片。

7.1.4 分析步骤

7.1.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液 (见 7.1.2.3) 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL。在每个容量瓶中各加入 4 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，以不加入氧化钠标准溶液的空白溶液调零，测定标准系列溶液钠谱线的发射强度。

以上述溶液中氧化钠的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线；或根据所得发射强度值计算出线性回归方程。

7.1.4.2 测定

量取 5.00 mL 试液 A，置于 100 mL 容量瓶中，按 7.2.4.1 中第二段的规定测定钠谱线发射强度，从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化钠的浓度。

7.1.5 结果计算

氧化钠 (Na_2O) 质量分数 w_3 ，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的被测溶液中氧化钠的浓度的数值，单位为微克每毫升 (g/mL)；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

7.2 原子吸收分光光度法

7.2.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 589.0 nm 处测定试料溶液中的钠，用工作曲线法定量。共存元素对测定无干扰。

7.2.2 试剂

同 7.1.2。

7.2.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有钠空心阴极灯。

7.2.4 分析步骤

7.2.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液（见 7.1.2.3）0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL。在每个容量瓶中各加入 2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入氧化钠标准溶液的空白溶液调零，于波长 589.0 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中氧化钠的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线；或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

7.2.4.2 测定

量取 5.00 mL 试液 A，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按 7.1.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化钠的浓度。

7.2.5 结果计算

氧化钠 (Na_2O) 质量分数 w_4 ，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的被测溶液中氧化钠的浓度的数值，单位为微克每毫升 (g/mL)；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

8 氧化钾 (K₂O) 质量分数的测定

8.1 火焰光度法 (仲裁法)

8.1.1 原理

用硝酸将试料溶液中的 2 价铁氧化为 3 价铁，在微酸性溶液中测定试料溶液中的钾，以工作曲线法定量。以尿素水解沉淀分离试料溶液中大量铁元素的干扰，用火焰光度法测定钾，以工作曲线法定量。标准溶液系列与试料溶液中的尿素量应控制一致，以消除尿素对测定的影响。

8.1.2 试剂

8.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

8.1.2.2 氨水溶液：1+1。

8.1.2.3 尿素溶液：300 g/L。

8.1.2.4 氧化钾标准溶液：1 mg/mL。

称取 500 °C ~ 600 °C 灼烧至恒量的氯化钾 1.583 g，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯塑料瓶中。

8.1.2.5 氧化钾标准溶液：200 µg/mL。

量取 20.00 mL 氧化钾标准溶液 (见 8.1.2.4)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

8.1.3 仪器

火焰光度计：附有钾干涉滤光片。

8.1.4 分析步骤

8.1.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钾标准溶液 (见 8.1.2.4) 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL。在每个容量瓶中各加入 10 mL 尿素溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，以不加入氧化钾标准溶液的空白溶液调零，分别测定氧化钾标准溶液系列在氧化性火焰中钾谱线的发射强度。

以上述溶液中氧化钾的浓度 (单位为微克每毫升) 为横坐标、对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线；或根据所得发射强度值计算出线性回归方程。

8.1.4.2 测定

量取 50.00 mL 试液 B，置于 250 mL 烧杯中。加入 20 mL 水、5 mL 硝酸溶液，加热至沸后取下，边搅拌边滴加氨水溶液至溶液中出现少量沉淀，保持 1 min。加入 10 mL 尿素溶液，盖上表面皿，加热煮沸 20 min (煮沸过程中应补加水，使溶液体积保持在 50 mL) 使沉淀凝聚。取下，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤。

按仪器工作条件，以不加入氧化钾标准溶液的空白溶液调零，测定滤液在氧化性火焰中钾谱线的发射强度。从工作曲线上查得或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化钾的质量。

8.1.5 结果计算

氧化钾 (K₂O) 质量分数 w_5 ，按公式 (5) 计算：

$$w_5 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的被测溶液中氧化钾的浓度的数值，单位为微克每毫升 (g/mL)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

8.2 高氯酸钾重量法

8.2.1 原理

在试料溶液中加入高氯酸蒸发脱水，加入无水乙醇使钾生成高氯酸钾沉淀，而其他干扰物质生成的高氯酸盐不沉淀。

8.2.2 试剂和材料

8.2.2.1 高氯酸。

8.2.2.2 饱和高氯酸钾乙醇溶液：加 2.0 mL 高氯酸于 1 000 mL 无水乙醇中，加入高氯酸钾至饱和状态，用前干过滤。

8.2.2.3 玻璃过滤坩埚：G4 型号，孔径为 4 μm~7 μm。

8.2.3 分析步骤

量取 50.00 mL 试液 C，置于 200 mL 烧杯中。加入 20 mL 高氯酸，在沙浴（或可调温电炉）上加热蒸发至冒浓白烟 40 min，保持烧杯内溶液体积约 15 mL。取下，冷却至室温后，加入 40 mL 饱和高氯酸钾乙醇溶液，充分搅拌，放置 30 min。然后用已在 130℃~140℃ 烘至恒量的玻璃过滤坩埚抽滤，用饱和高氯酸钾乙醇溶液洗涤沉淀 5 次，抽干。

将坩埚放入烘箱中，逐渐升温至 130℃~140℃，烘 40 min 至恒量。取出，放入干燥器内，冷却至室温后称量，精确至 0.000 1 g。

8.2.4 结果计算

氧化钾（K₂O）质量分数 w_6 ，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 0.3399}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——烘至恒重的高氯酸钾沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.3399——高氯酸钾换算为氧化钾的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30 %。

9 氧化钙（CaO）质量分数的测定——原子吸收分光光度法

9.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 422.7 nm 处测定试料溶液中的钙。共存元素铁、铝、硅干扰测定，加入氯化锶予以消除。

9.2 试剂

9.2.1 盐酸溶液：1+1。

9.2.2 氯化锶溶液（SrCl₂·6H₂O）：150 g/L。

9.2.3 氧化钙（CaO）标准溶液：1 mg/mL。

称取 105℃~110℃ 干燥至恒量的碳酸钙（CaCO₃）1.785 g，置于烧杯中，用水润湿，加入盐酸溶液 20 mL，溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯塑料瓶中。

9.2.4 氧化钙（CaO）标准溶液：100 μg/mL。

量取氧化钙（CaO）标准溶液（见 9.2.3）10.00 mL，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

9.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有钙空心阴极灯。

9.4 分析步骤

9.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钙（CaO）标准溶液（见 9.2.4）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL。在每个容量瓶中各加入 2 mL 氯化锶溶液、1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加氧化钙（CaO）标准溶液的空白溶液调零，于波长 422.7 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中氧化钙的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

9.4.2 测定

量取 5.00 mL 试液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 9.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出被测溶液中氧化钙的质量。

9.5 结果计算

氧化钙（CaO）质量分数 w_7 ，按公式（7）计算：

$$w_7 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的被测溶液中氧化钙的浓度的数值，单位为微克每毫升（g/mL）；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.04 %。

10 氧化镁（MgO）质量分数的测定——原子吸收分光光度法

10.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 285.2 nm 处测定试料溶液中的镁。共存元素铁、铝、硅干扰测定，加入氯化锶予以消除。

10.2 试剂

10.2.1 盐酸溶液：1+1。

10.2.2 氯化锶溶液（SrCl₂·6H₂O）：150 g/L。

10.2.3 氧化镁（MgO）标准溶液：1 mg/mL。

称取 800 °C 灼烧至恒量的氧化镁（MgO）1.000 g，置于烧杯中，用水润湿。加入 20 mL 盐酸溶液，待溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯塑料瓶中。

10.2.4 氧化镁（MgO）标准溶液：10 μg/mL。

量取 5.00 mL 氧化镁（MgO）标准溶液（见 10.2.3），置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

10.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

10.4 分析步骤

10.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化镁（MgO）标准溶液（见 10.2.4）0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL。在每个容量瓶中各加入 2 mL 氯化锶溶液、1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加氧化镁（MgO）标准溶液的空白溶液调零，于波长 285.2 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中氧化镁的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

10.4.2 测定

量取 5.00 mL 试液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 10.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查得或由仪器连接的计算机直接得出被测溶液中氧化镁的质量。

10.5 结果计算

氧化镁 (MgO) 质量分数 w_8 ，按公式 (8) 计算：

$$w_8 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的被测溶液中氧化镁的浓度的数值，单位为微克每毫升 (g/mL)；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.04 %。

11 烧失量质量分数的测定

11.1 原理

将盛有试料的瓷坩埚置于高温炉内，在一定温度下保持一定的时间，测定试料所失去的质量。

11.2 分析步骤

称取 1 g~2 g 原基试样，精确至 0.000 1 g。置于已预先在 800 °C 下灼烧至恒量的瓷坩埚中，将坩埚盖斜置于坩埚上，放在高温炉内，逐渐升温至 800 °C，保持 1 h。取出坩埚，稍冷后放入干燥器中，冷却至室温后称量。

注：原基试样为 4.2 中不经 105 °C~110 °C 干燥的试样。

11.3 结果计算

烧失量质量分数 w_9 ，按公式 (9) 计算：

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_1 ——灼烧前试样与坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——灼烧后试样与坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3 %。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
常温氧化铁脱硫剂化学成分分析方法

HG/T 4854 · 2015

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数20.8千字

2015年11月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2090

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：14.00 元

版权所有 违者必究