

前 言

本标准对 GB/T 2462—81《硫铁矿和硫精矿中有效硫含量的测定方法》进行修订。

本标准非等效采用 ГОСТ 444—75(92)《浮选黄铁矿》中有效硫的测定。

本标准在修订过程中,经过深入调查研究,试验验证,确认前版方法技术仍然先进合理、准确可靠。

本标准保留前版标准的主要技术内容,在吸收装置上做了一些改进,使之更便于操作。

本标准自生效之日起,代替 GB/T 2462—81。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位:化学工业部化工矿山设计研究院。

本标准参加起草单位:云浮硫铁矿企业集团公司、南化公司研究院、大田硫铁矿、川化集团公司、湛江企业集团公司等。

本标准主要起草人:王昭文、辜丽华。

本标准于 1981 年 10 月首次发布,1988 年 12 月复审确认。

中华人民共和国国家标准

硫铁矿和硫精矿中有效硫含量的测定

燃烧中和法

GB/T 2462—1996

Pyrites and concentrate—

代替 GB/T 2462—81

Determination of effective sulfur content—

Combustion neutralization method

1 范围

本标准规定了燃烧中和法测定有效硫含量。

本标准适用于硫铁矿和硫精矿产品中有效硫含量大于10%的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 6003—85 试验筛

3 方法提要

试样在850℃空气流中燃烧,单体硫与硫化物中的硫转变为二氧化硫气体逸出,用过氧化氢溶液吸收并氧化成硫酸。以甲基红-亚甲基蓝为混合指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB/T 6682—92 中三级水的规格;所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 无水氯化钙:化学纯,块状。

4.2 烧碱石棉:粒状。

4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)溶液:1+2。

4.4 过氧化氢[30%(V/V)]溶液:3%(V/V)。

4.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。配制与标定按 GB/T 601 执行。

4.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:2 g/L 甲基红的乙醇溶液和 1 g/L 亚甲基蓝的乙醇溶液等体积混和,贮于棕色瓶内。

5 仪器和装置

有效硫含量测定装置如图1。

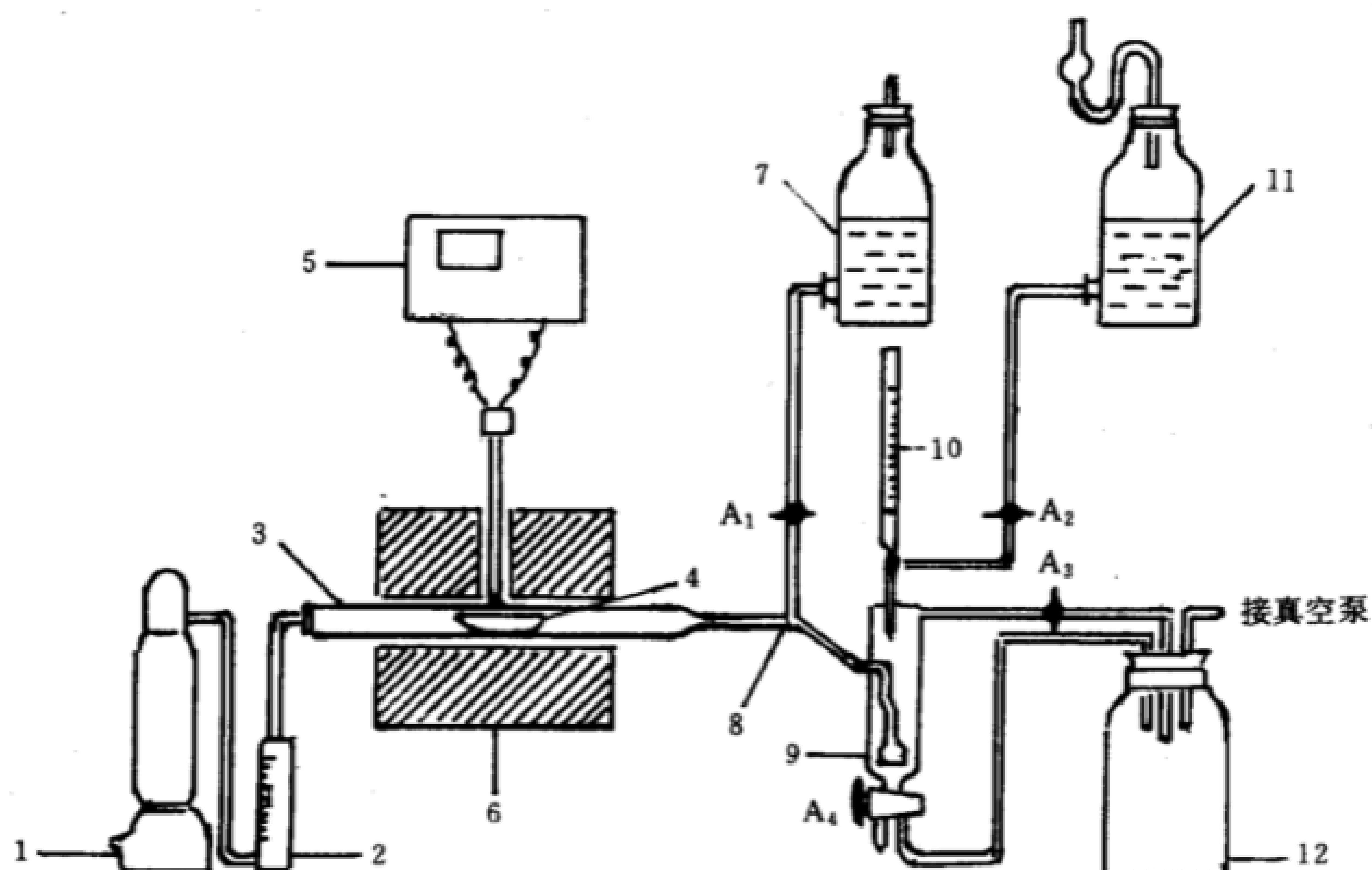
5.1 干燥塔(1):底部装有烧碱石棉,上部装无水氯化钙,中间隔以玻璃纤维。

5.2 转子流量计(2)。

国家技术监督局1996-10-25批准

1997-05-01实施

- 5.3 锥形瓷管(3):内径 18 mm、外径 22 mm。锥形部分细管长 50 mm,外径 7 mm,总长约 600 mm。使用前需在 900℃灼烧 1 h。
- 5.4 瓷舟(4):长 88 mm,内宽 11 mm,高 10 mm,使用前在盐酸溶液(4.3)中煮沸,清洗干净、烘干,在 900℃灼烧 1 h,冷却后置干燥器中备用。
- 5.5 温度自动控制器(5):配有经校正的热电偶(热电偶应接触瓷管位置)。
- 5.6 管式燃烧炉(6)。
- 5.7 蒸馏水贮瓶(7)。
- 5.8 三通管(8):上部与蒸馏水贮瓶(7)相连,左侧和右侧分别用尽量短的橡皮管与锥形瓷管和吸收瓶连接(以外套胶管内对接方式连接)。
- 5.9 吸收瓶(9):内盛过氧化氢吸收液,其规格如图 2。
- 5.10 自动对零滴定管(10):25 mL 或 50 mL,使用前需校正。
- 5.11 氢氧化钠标准滴定溶液贮瓶(11):上部装烧碱石棉净化管。
- 5.12 废液瓶(12):做抽气缓冲和承接废液用,与真空泵相连。



1—干燥塔; 2—转子流量计; 3—锥形瓷管; 4—瓷舟; 5—温度自动控制器; 6—管式燃烧炉;
7—蒸馏水贮瓶; 8—三通管; 9—吸收瓶; 10—自动对零滴定管; 11—氢氧化钠标准滴定溶液贮瓶;
12—废液瓶; A_1 、 A_2 、 A_3 —二通旋塞; A_4 —双斜孔旋塞

图 1 有效硫含量测定装置图

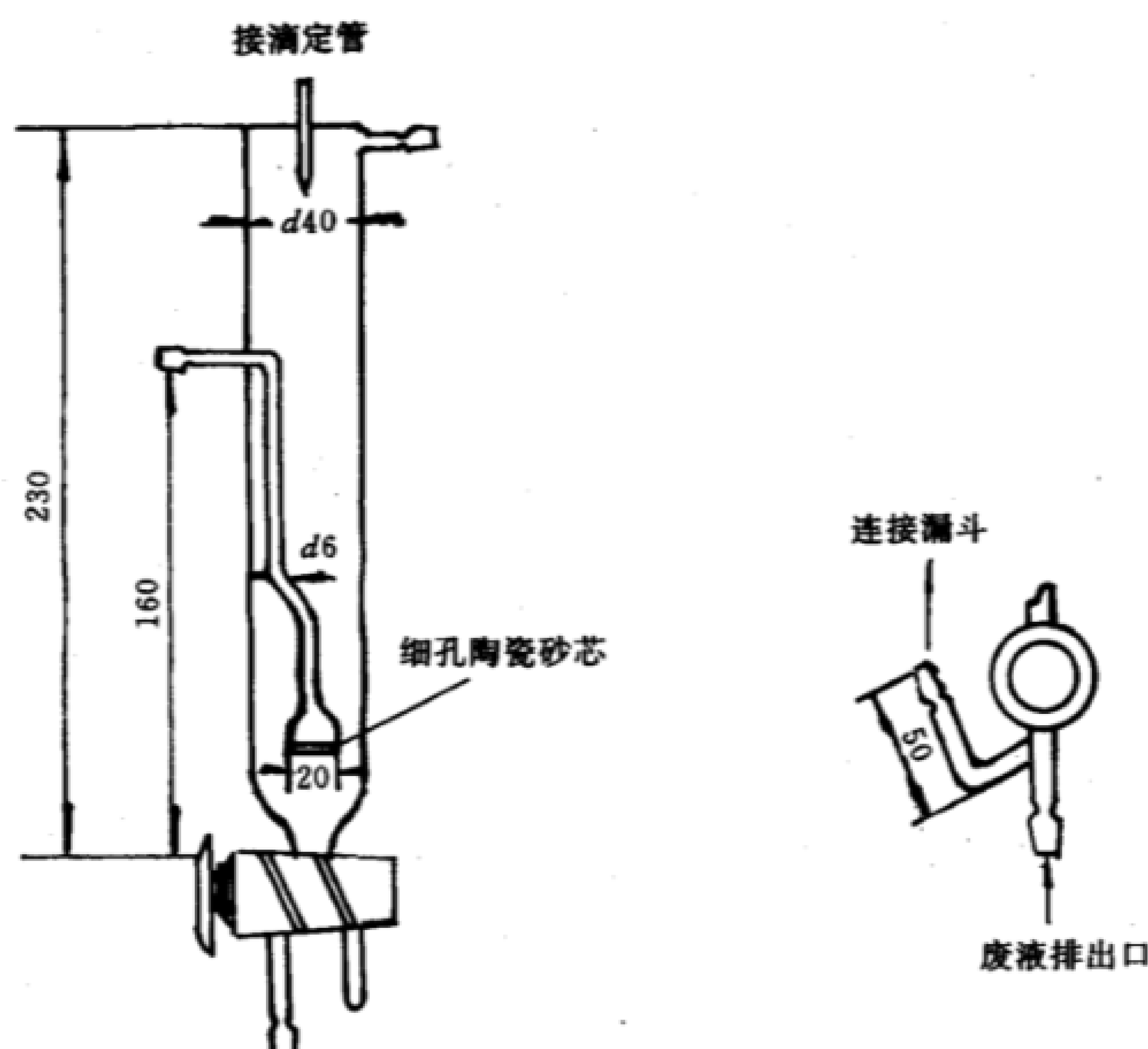


图2 吸收瓶规格图(单位:mm)

6 试样

试样通过 $150\ \mu\text{m}$ 试验筛(GB/T 6003),于 $100\sim 105^\circ\text{C}$ 干燥至恒量,置于干燥器中冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 按图1连接好测定装置,检查整个系统的气密性。

7.2 接通燃烧炉和真空泵电源,调节抽气量为 $0.8\ \text{L/min}$ 左右。旋 A_4 ,使吸收瓶与其下部和漏斗相连的弯管相通,从漏斗中注入 $20\ \text{mL}$ 过氧化氢溶液(4.4)、 $5\sim 7$ 滴混合指示液(4.6)和 $80\ \text{mL}$ 水。关闭 A_4 。当炉温升到 850°C ,滴加氢氧化钠标准滴定溶液(4.5)至溶液恰变为亮绿色不变为止(此时燃烧 $1\sim 2$ 个试样以平衡条件)。然后切断燃烧炉电源,将氢氧化钠标准滴定溶液(4.5)调整到滴定管零刻度处。

7.3 称取试样 $0.1\sim 0.2\ \text{g}$ (精确至 $0.0002\ \text{g}$)平铺于瓷舟中备用。

7.4 在燃烧炉温度降至 400°C 时,将盛有试样的瓷舟用带钩铁丝送入燃烧管中部高温处,立即塞紧塞子,接通电源,在 450°C 燃烧 $5\sim 10\ \text{min}$,然后逐渐升温至 850°C (约需 $7\sim 15\ \text{min}$)在此温度下保持 $5\ \text{min}$ 。

在燃烧过程中,随时以氢氧化钠标准滴定溶液(4.5)滴定生成的酸,直至燃烧与吸收完全。最后从冲洗支管中以水冲洗三次以上,继续以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫色恰变为亮绿色为终点。

注:日常生产控制分析可以采用炉温 850°C 送样,并在此温度下保持 $10\sim 15\ \text{min}$ 进行测定。

7.5 取下瓷管进口橡皮塞,拉出瓷舟,进行下一个试样测定。

7.6 废液的抽弃:旋 A_4 使吸收瓶与废液瓶相通,在抽气状态下,废液便被抽进废液瓶中,关闭 A_4 。

8 分析结果的表述

以质量百分数表示的有效硫(S)含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{C \times V \times 0.016\,03}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：C——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V——氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g。

0.016 03——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫的质量。

9 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

有效硫(S)含量	允 许 差
≤ 20.00	0.30
$> 20.00 \sim 30.00$	0.40
$> 30.00 \sim 40.00$	0.50
> 40.00	0.60

www.bzxz.net

免费标准下载网