

# 中华人民共和国机械行业标准

## 镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 燃烧——碘酸钾滴定法测定硫量

JB/T 6326.1-92

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用燃烧—碘酸钾滴定法测定硫量。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中硫量的测定。测定范围：0.003%~0.025%。

### 2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

### 3 方法提要

试样在高温炉中通氧燃烧，生成的二氧化硫用淀粉—碘化钾溶液吸收，再用碘酸钾标准溶液滴定。

### 4 试剂和仪器

4.1 无水氯化钙。

4.2 碘酸钾。

4.3 氢氧化钠。

4.4 碱石棉。

4.5 助熔剂：锡粒+还原铁粉(1+1)。

4.6 玻璃棉。

4.7 硫酸(密度  $\rho 1.84$  g/ml)。

4.8 盐酸(1+99)。

4.9 淀粉—碘化钾吸收溶液：称取 9 g 淀粉，用少量水调成糊状，加 500 ml 沸水，搅拌，煮沸溶解后，冷却，加 15 g 碘化钾，500 ml 水，混匀。

4.10 碘酸钾标准溶液的配制和标定。

4.10.1 称取 0.2225 g 碘酸钾(4.2)溶于水中，加 1 g 氢氧化钠(4.3)，搅拌溶解后，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此为贮备溶液。

4.10.2 分取 50 ml 碘酸钾标准溶液(4.10.1)于 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.10.3 碘酸钾标准溶液的标定：称取三种含硫量与试样相近的标准样品各三份，按分析步骤进行标定。

按下式计算碘酸钾标准溶液的滴定度。

$$T = \frac{C \cdot m}{(V - V_0)} \times 100$$

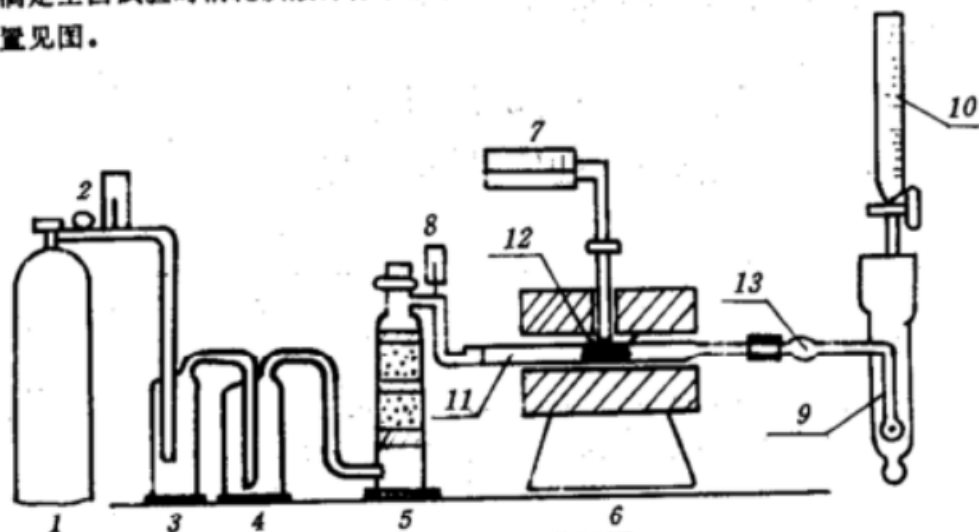
式中：T——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度，g/ml；

C——标准样品中硫的百分含量；

m——试样量，g；

V——滴定标准样品时消耗碘酸钾标准溶液的平均体积，ml；

$V_0$ ——滴定空白试验时消耗碘酸钾标准溶液的平均体积, ml;  
仪器和装置见图。



测定硫的仪器和装置图

- 1—氧气瓶; 2—氧气表; 3—缓冲瓶; 4—洗气瓶, 内盛三分之一体积硫酸 (4.7);  
5—净气塔, 上层装碱石棉 (4.4), 下层装无水氯化钙 (4.1), 中间隔玻璃棉 (4.6), 底部和顶部也铺玻璃棉。  
6—管式炉; 7—温度自动控制器; 8—流量计;  
9—低硫吸收杯; 10—滴定管, 25 ml; 11—瓷管, 长 600 mm, 内径 23 mm;  
12—瓷舟, 88 mm; 97 mm。 13—球形干燥管, 内装脱脂棉。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样量

称取试样 1.000 g。

### 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将炉温升至 1250~1300℃。

5.3.2 在低硫吸收杯中加入 50—70 ml 盐酸 (4.8), 2 ml 淀粉—碘化钾溶液 (4.9), 通氧 (流速为 1.0~1.5 L/min)。用碘酸钾标准溶液 (4.10.2) 滴定至淡蓝色, 关闭氧气。

5.3.3 将试样置于在 1200℃ 预先通氧灼烧过的瓷舟中, 在试样上均匀铺上 2 g 助熔剂 (4.5), 将盛试样的瓷舟放入瓷管内, 用镍—铬丝的长钩将瓷舟推至炉内最高温处。立即塞紧橡皮塞, 预热 1 min 左右, 通氧 (流速 1.0~1.5 L/min), 燃烧气体通入低硫吸收杯中, 当吸收杯中浅蓝色开始变淡时, 立即用碘酸钾标准溶液 (4.10.2) 滴定使吸收溶液面始终保持蓝色, 当吸收液褪色缓慢时, 滴定速度也应减慢, 直至吸收液颜色恢复原始颜色为终点。

5.3.4 关闭氧气, 启开橡皮塞, 用长钩拉出瓷舟, 读取滴定消耗的碘酸钾标准溶液的体积 ml。

## 6 分析结果的计算

按下式计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{T \cdot (V - V_0)}{m} \times 100$$

式中:  $T$ ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/ml;

$V$ ——滴定试样消耗碘酸钾标准溶液体积, ml;

$V_0$ ——空白试验消耗碘酸钾标准溶液体积, ml;

$m$ ——试样量, g。