



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.5—2006
代替 GB/T 5195.5—1985

萤石 总硫含量的测定 燃烧碘量法

Fluorspar—Determination of total sulfur content—
The iodometric method after combustion

(ISO 9501:1991, MOD)

2006-08-16 发布

2007-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
萤石 总硫含量的测定 燃烧碘量法
GB/T 5195.5—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2006年12月第一版

*

书号:155066·1-28375

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

本标准修改采用 ISO 9501:1991《冶金级萤石 总硫含量的测定 燃烧碘量法》(英文版)。

本标准与 ISO 9501:1991 比较,进行了如下修改:

——规范性引用文件中将“ISO 565—1990《试验筛 金属丝网、冲孔金属板和电镀成型薄板 孔径的公称尺寸》”和“ISO 8868—1989《萤石 取样和制样》”改为:“GB/T 2008—1987《散装氟石 取样、制样方法》”。

——4.5 硫酸钾增加了纯度的要求,即增加:优级纯,大于 99.9%。

——4.6 碘酸钾增加了纯度的要求,即增加:质量分数大于 99.9%。

——增加了允许差内容。

本标准代替 GB/T 5195.5—1985《氟石化学分析方法 燃烧-碘酸钾容量法测定总硫量》。

本标准是对 GB/T 5195.5—1985 的修改,与 GB/T 5195.5—1985 比较,主要进行了如下修改:

——本标准将名称改为《萤石 总硫含量测定 燃烧碘量法》。

——测定范围(质量分数)由 0.003%~0.500%改为 0.010%~1.00%。

——测定温度由 1 200℃~1 250℃改为 1 200℃±25℃。

——绘制校准曲线时,原标准加入无水硫酸钠、氟化钙固体,本标准改为加入硫标液,更为简便、准确、均匀。

——称样量由原标准的四档改为两档。

——对瓷舟的形状和尺寸做了规定并有图示,而原标准对瓷舟的规定不详细。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:首钢总公司。

本标准主要起草人:张磊、刘卫平、宁伟光、张东生。

本标准历次发布情况为:

——GB/T 5195.5—1985。

萤石 总硫含量的测定 燃烧碘量法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用燃烧碘量法测定总硫含量。

本标准适用于萤石中总硫含量的测定,测定范围为(质量分数):0.010%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2008 散装氟石取样、制样方法(GB/T 2008—1987, neq ISO 3081:1986)

3 原理

将试样与三氧化钨混合并在1200℃的电阻炉内加热,用氮气为载气。在含有淀粉和碘酸钾的稀盐酸溶液中吸收析出的二氧化硫,在析出过程中,连续用碘酸钾标准溶液滴定。

4 试剂和材料

除非另有规定,分析过程中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 氟化钙:粉末,高纯,不含硫或已知硫含量很低。

4.2 三氧化钨。

4.3 盐酸:1+66。

4.4 碘化钾溶液:30 g/L。

4.5 硫标准溶液:5.0 g/L。

取少量硫酸钾(优级纯,大于99.9%)于烘箱中,升温至105℃±2℃加热2 h,冷却后放入干燥器中。

称取13.5872 g 硫酸钾(称量精度为0.2 mg)溶解于水。冷却后移入500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度。此标准溶液每毫升含5.0 mg 硫。

4.6 碘酸钾标准溶液: $c(\text{KIO}_3) \approx 0.001 \text{ mol/L}$ 。

称取0.223 g 已干燥的碘酸钾(质量分数大于99.9%,称量精度为0.2 mg),以水溶解。冷却后移入1000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度。此标准溶液每毫升相当于含0.10 mg 硫。

4.7 淀粉溶液:20 g/L。

称取可溶解淀粉2 g,用10 mL水溶解,加50 mL沸水,并搅匀,冷却后,稀释到100 mL。

4.8 二氧化碳吸收剂:粒度范围:0.5 mm~2 mm。

碱石棉或不包含石棉的相似试剂。

4.9 无水高氯酸镁:粒度范围:0.5 mm~2 mm。

5 仪器

常用实验室仪器。

5.1 燃烧和滴定装置(见图1),由以下部分组成: