



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.9—2010
代替 GB/T 14352.9—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 9 部分：硫量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 9: Determination of sulfur content

www.tungsten.com.cn

2010-11-10 发布

2011-02-01 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



前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分:

- 第 1 部分:钨量测定;
- 第 2 部分:钼量测定;
- 第 3 部分:铜量测定;
- 第 4 部分:铅量测定;
- 第 5 部分:锌量测定;
- 第 6 部分:镉量测定;
- 第 7 部分:钴量测定;
- 第 8 部分:镍量测定;
- 第 9 部分:硫量测定;
- 第 10 部分:砷量测定;
- 第 11 部分:铋量测定;
- 第 12 部分:银量测定;
- 第 13 部分:锡量测定;
- 第 14 部分:镓量测定;
- 第 15 部分:锗量测定;
- 第 16 部分:硒量测定;
- 第 17 部分:碲量测定;
- 第 18 部分:铼量测定。

本部分为 GB/T 14352 的第 9 部分。

本部分代替 GB/T 14352.9—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 高温燃烧碘量法测定全硫量》。

本部分与 GB/T 14352.9—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了警示内容;
- 修改了试样干燥温度;
- 修改了试料量表。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草单位:江苏省地质调查研究院(国土资源部南京矿产资源监督检测中心)。

本部分主要起草人:张培新、肖灵。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14352.9—1993。



钨矿石、钼矿石化学分析方法 第9部分:硫量测定

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

1 范围

GB/T 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中硫量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中硫量的测定。

测定范围:0.05%~10%的硫。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14352 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件,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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料在助熔剂存在下,于空气流中在 1 200 °C~1 300 °C 高温燃烧,硫以二氧化硫形式释出,为空气流携带进入盛有水的吸收器,以淀粉作指示剂,用碘酸钾标准溶液滴定反应生成的亚硫酸,计算硫量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 氧化铜(CuO)[线状,或氧化铅(PbO),含硫量均小于 0.00×%]。

4.2 二氧化硅(粒径 0.125 mm,经 1 000 °C 灼烧 2 h,应无空白)。

4.3 淀粉盐酸吸收液:

称取 0.4 g 可溶性淀粉,加水调成糊状,加入 100 mL 刚煮沸的水并继续煮沸 1 min 使溶液透明,冷却后加水至约 800 mL,加入 3 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.4 碘酸钾标准溶液配制和标定:

a) 碘酸钾标准溶液 $c(1/6KIO_3)=0.015$ mol/L:称取 0.535 0 g 碘酸钾,置于 1 000 mL 烧杯中,用含有 1 g 氢氧化钾,5 g 碘化钾的 400 mL 水溶解,用水稀释至 1 000 mL,摇匀;

b) 碘酸钾标准溶液 $c(1/6KIO_3)=0.005$ mol/L:称取 0.178 3 g 碘酸钾,置于 1 000 mL 烧杯中,用含有 1 g 氢氧化钾,5 g 碘化钾的 400 mL 水溶解,用水稀释至 1 000 mL,摇匀;

c) 碘酸钾标准溶液 $c(1/6KIO_3)=0.001$ mol/L:移取 200 mL 碘酸钾标准溶液[4.4b)],置于 1 000 mL 容量瓶中,加入含有 0.8 g 氢氧化钾,4 g 碘化钾的 400 mL 水溶液,用水稀释至刻度,摇匀;

d) 标定:称取与分析试样组成及含硫量大致相当的标准样品三份,按照分析步骤(7)进行标定。三份样品所消耗的碘酸钾标准溶液的极差值不超过 0.20 mL,即可取其平均值。并同时进

瓷舟,助熔剂的三份空白测定。

按式(1)计算 1 mL 碘酸钾标准溶液相当于硫的量:

$$T = \frac{S_{\text{标}} \cdot W}{100 \times (V - V_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T ——1 mL 碘酸钾标准溶液相当于硫的质量,单位为克每毫升(g/mL);

$S_{\text{标}}$ ——标准样品中硫的含量,%;

W ——标准物质质量,单位为克(g);

V ——滴定消耗的碘酸钾标准溶液的平均体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白消耗的碘酸钾标准溶液的平均体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。

5 仪器和设备

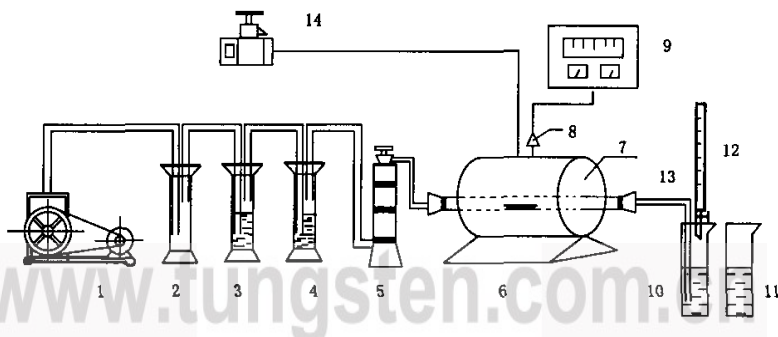
5.1 分析天平;三级,感量 0.1 mg。

5.2 管式炉。

5.3 瓷管;21 mm×25 mm×600 mm 未上釉的一级瓷管,一端为尖嘴形。

5.4 瓷舟;77 mm 或 88 mm,于 1 000 °C 灼烧 1 h,保存于干燥器中。

5.5 测定装置如图 1 所示。



- 1——空气压缩机;
- 2——缓冲瓶;
- 3——装有氢氧化钾(300 g/L)-高锰酸钾溶液(50 g/L)的洗涤瓶;
- 4——装有硫酸(ρ 1.84 g/mL)的洗涤瓶;
- 5——下部装有烧碱石棉、上部装有无水氯化钙的干燥塔(塔顶及中部、底部均放有玻璃棉);
- 6——管式炉;
- 7——瓷管;
- 8——铂铑-铂热电偶;
- 9——高温计;
- 10——装淀粉盐酸吸收液的 250 mL 气体吸收瓶;
- 11——与(10)相同作滴定终点参比用;
- 12——滴定管;
- 13——导气管;
- 14——可调变压器。

图 1 测定硫量的仪器

5.5.1 按图 1 连接好测定装置,检查全部装置是否气密,在保证仪器气密后,调节电压在 65 V 左右,待温度升至 400 °C 以后,逐渐增高电压,升高温度至 1 250 °C ± 50 °C,将导气管插入盛有淀粉盐酸(4.3)



250 mL 的气体吸收瓶中(图 1 注 10),调节气流为每秒 2 个~3 个气泡,滴加碘酸钾标准溶液[4. 4a)或 4. 4b)或 4. 4c)]至溶液呈浅蓝色。

5. 5. 2 比照溶液:于另一气体吸收瓶中(图 1 注 11)注入同样量的淀粉盐酸吸收液(4. 3),滴加碘酸钾标准溶液[4. 4a)或 4. 4b)或 4. 4c)]至溶液呈以上相同的浅蓝色以作参比用(不记读数)。

6 试样

6. 1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒径应小于 97 μm 。

6. 2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h,含硫矿物的试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱内干燥 2 h~4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7. 1 试料

根据试样中硫量按表 1 称取试料量,精确至 0. 1 mg。

表 1 试料量

硫量/ %	试料量/ g	$c(1/6\text{KIO}_3)/$ (mol/L)
0. 01~0. 05	1	0. 001
>0. 05~0. 1	0. 5	0. 001
>0. 1~0. 5	0. 5	0. 005
>0. 5~1	0. 2	0. 005
>1~2	0. 1	0. 005
>2~5	0. 2	0. 015
>5~10	0. 1	0. 015

7. 2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7. 3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7. 4 测定

7. 4. 1 将试料(7. 1)均匀地平铺于瓷舟中(5. 4),表面覆盖试料 1 倍~2 倍的线状氧化铜(4. 1)(如试样中含重晶石,应在称样前先在瓷舟上铺有 0. 5 g 二氧化硅(4. 2),与试料拌匀后,如上覆盖线状氧化铜(4. 1)。

注:如试样中含钨量大于 10 mg,改用氧化钨作助熔剂。

7. 4. 2 取下燃烧管端的橡皮塞,用镍铬丝钩将瓷舟推入炉管中最热的部分,立即塞上塞子,空气以每秒 2 个~3 个气泡通入吸收液中,当吸收液下部开始褪色时,应根据含硫量参照表 1 立即滴加碘酸钾标准溶液[4. 4a)或 4. 4b)或 4. 4c)]。其滴加速度应使得淀粉盐酸的浅蓝色在吸收过程中保持不变,在停止褪色时,溶液颜色的深度应和比照溶液(5. 5. 2)的颜色一致。

7. 4. 3 在通入空气 1 min~2 min 时间内,如盛滴定液吸收瓶内溶液不再褪色即到达滴定的终点,记录所消耗的碘酸钾标准溶液体积。

8 结果计算

硫量以质量分数 $w(\text{S})$ 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w(S) = \frac{T \cdot (V_1 - V_0)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

T ——1 mL 碘酸钾标准溶液相当于硫的质量，单位为克每毫升(g/mL)；

V_1 ——滴定试料消耗的碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——滴定空白试料消耗的碘酸钾标准溶液的平均体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后二位。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 精密度 %

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
硫	0.62~4.79	$r=0.018\ 6+0.016\ 6\ m$	$R=0.057\ 9+0.030\ 7\ m$
注：本精密度数据是由 6 个实验室对 8 个水平的试样进行试验确定。			

www.tungsten.com.cn