



中华人民共和国国家标准

GB 7730.9—88

锰铁及高炉锰铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

Methods for chemical analysis of ferromanganese
and blast furnace ferromanganese

The combustion-neutralization titration method
for the determination of sulfur content

1988-02-21 发布

1989-03-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

锰铁及高炉锰铁化学分析方法
燃烧中和滴定法测定硫量

UDC 669.15'74
:543.062

GB 7730.9—88

Methods for chemical analysis of ferromanganese
and blast furnace ferromanganese
The combustion-neutralization titration method
for the determination of sulfur content

本标准适用于锰铁及高炉锰铁中硫量的测定。测定范围:0.015%~0.045%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样在高温下通氧燃烧,使硫全部氧化为二氧化硫,吸收于过氧化氢溶液中,使其成为硫酸,用氢氧化钠标准溶液滴定。

2 试剂及材料

本标准中所用水均为煮沸驱尽二氧化碳并已冷却的蒸馏水。

- 2.1 氧气:纯度大于 99.5%。
- 2.2 高温燃烧管: $\phi \times L$, mm; 20~24×600。
- 2.3 瓷舟:预先在 1 400 °C 的高温燃烧管中通氧灼烧 5 min,冷却备用。
- 2.4 纯铁:粉状,硫量小于 0.001%。
- 2.5 锡粒:硫量小于 0.001%。
- 2.6 硅胶、活性氧化铝或高氟酸镁。
- 2.7 碱石灰或氢氧化钠(粒状)。
- 2.8 铬酸饱和硫酸:于硫酸(ρ 1.84 g/mL)中加入重铬酸钾或无水铬酸使其饱和,使用其上部澄清溶液。
- 2.9 吸收液:移取 3.5 mL 过氧化氢(30%)用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 2.10 混合指示剂:称取 0.125 g 甲基红和 0.083 g 次甲基蓝,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 2.11 氨基磺酸标准溶液:称取约 0.100 0 g(精确至 0.1 mg)预先在真空硫酸干燥器中干燥约 48 h、纯度大于 99.90%的氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)于 300 mL 烧杯中,用 30 mL 水使之完全溶解,移入 500 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 2.12 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.005 \text{ mol/L}$
 - 2.12.1 配制
称取 0.200 0 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中,加入 1 mL 新配制的氢氧化钡饱和溶液,混匀,隔绝二氧化碳放置 2~3 日,使用时取上部澄清溶液。
 - 2.12.2 标定
移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液(2.11)于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水,加入 10 滴溴百里