

UDC 669
H 15



中华人民共和国国家标准

GB 11067.6—89

银 化 学 分 析 方 法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量

Silver—Determination of
sulphur content—Combustion-
potassium iodate titrimetric method

1989-03-31 发布

1990-02-01 实施

国 家 技 术 监 督 局 发 布

中华人民共和国国家标准

银 化 学 分 析 方 法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量

GB 11067.6—89

Silver—Determination of
sulphur content—Combustion-
potassium iodate titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银中硫含量的测定方法。

本标准适用于银中硫含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.002 0%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试样在1 250~1 300℃氧气流中燃烧将硫转化成二氧化硫被微酸性水溶液吸收，以淀粉为指示剂，生成的亚硫酸以碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色并保持不褪色为终点。以消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积计算硫含量。

4 试剂

4.1 淀粉溶液(1%)：称取10 g 淀粉，以少量水调成糊状，加入500 mL 沸水并搅拌均匀，煮沸2 min，冷后用水稀释至1 000 mL，加入5~6 滴盐酸(ρ 1.19 g/mL)，混匀，放置至溶液澄清。

4.2 淀粉吸收液(0.025%)：移取25 mL 淀粉溶液(4.1)于烧杯中，加入15 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，用水稀释至1 000 mL，混匀。

4.3 硫标准溶液：称取1.086 9 g 预先于105~110℃烘干并在干燥器中冷却至室温的硫酸钾，置于100 mL烧杯中，用水溶解，移入200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 μ L 含1 μ g 硫。

4.4 碘酸钾标准贮存溶液[$c(\text{KIO}_3)=0.000 8 \text{ mol/L}$]：称取0.178 g 碘酸钾溶于水，移入1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.5 碘酸钾标准滴定溶液[$c(\text{KIO}_3)=0.000 08 \text{ mol/L}$]：

4.5.1 配制：移取50 mL 碘酸钾标准贮存溶液(4.4)，置于500 mL 容量瓶中，加入25 g 碘化钾，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.2 标定：用微型注射器移取适量硫标准溶液(4.3)三份，分别注入瓷舟(5.11)中，各加入1 g 钨粒作助熔剂，低温加热烘干，以下按7.2.3~7.2.6方法进行。

4.5.3 碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度按下式计算：