

UDC 669.3 : 543.06
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 13293.13—91

高纯阴极铜化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量

Higher purity copper cathode—
Determination of sulphur content—
Combustion-potassium iodate titrimetric method

1991-12-14 发布

1992-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

高纯阴极铜化学分析方法
燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量

GB/T 13293.13—91

Higher purity copper cathode—
Determination of sulphur content—
Combustion-potassium iodate titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中硫含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中硫含量的测定。测定范围:0.000 4%~0.003%。

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

试料在约 1 200℃氧气流中燃烧,硫转化成一氧化硫被微酸性溶液吸收,生成的亚硫酸用碘酸钾标准滴定溶液滴定。按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(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉,以少量水调成糊状,加入 50 mL 沸水并搅拌均匀,煮沸约 1 min,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

4.2 盐酸吸收液:将 80 mL 盐酸(1.5+98.5)、1 mL 碘化钾溶液(30 g/L)和 3 mL 淀粉溶液(4.1)混合。

4.3 碘酸钾标准贮存溶液[$c(1/6KIO_3)=0.005 \text{ mol/L}$]:称取 0.178 0 g 碘酸钾(基准物质)溶于水中,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4 碘酸钾标准滴定溶液[$c(1/6KIO_3)=0.000 5 \text{ mol/L}$]

4.4.1 配制:移取 100 mL 碘酸钾标准贮存溶液(4.3),置于 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 标定:称取 3 份 1.000 g 紫铜标样(硫含量<0.01%)分别平铺于预烧过的瓷舟(5.7)中,以下按 6.2 条进行。平行标定所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.5 mL,取其平均值。(标定前按 6.2.4~6.2.6 条测定 1~2 个低硫试样,不计算测定结果)。

4.4.3 碘酸钾标准滴定溶液(4.4)的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{V \times 0.016 03} \dots\dots\dots(1)$$