

UDC 669.15'28 : 543.062
H 11



中华人民共和国国家标准

GB 5059.10—88

钼铁化学分析方法 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The combustion-potassium iodate 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

钼铁化学分析方法 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量

UDC 669.15'28
·543.062

GB 5059.10—88

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The combustion-potassium iodate titration method for the
determination of sulfur content

本标准适用于钼铁中硫量的测定。测定范围:0.015%~0.250%。

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

试样在氧气流中燃烧，将硫全部氧化为二氧化硫，吸收于盐酸吸收液中，用含有碘化钾的淀粉溶液作指示剂，用碘酸钾标准溶液滴定。

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1400℃的高温燃烧管中通氧灼烧5 min，冷却备用。
2.4 高纯铁：粉状，硫量小于0.0010%。
2.5 五氧化二钒：粉状，硫量小于0.0010%。
2.6 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。
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)中加入重铬酸钾或铬酸酐使其饱和，使用其上部澄清溶液。

2.9 淀粉溶液：称取1.0 g 可溶性淀粉于300 mL 烧杯中，加入约5 mL 水，调匀。加入约50 mL 沸水，不断搅拌，于电炉上煮沸约1 min，取下冷却。另取1.5 g 碘化钾溶解于10 mL 水中，将此溶液加入淀粉溶液中，用水稀释至100 mL，混匀。

2.10 吸收液或参比液：移取60 mL 盐酸(1.5+98.5)，加入2 mL 淀粉溶液(2.9)、2~3滴碘酸钾标准溶液(2.11)，使溶液呈淡蓝色。此溶液使用时配制二瓶，其中一瓶测定时用作吸收液，另一瓶用作判断滴定终点的参比液。

2.11 碘酸钾标准溶液

2.11.1 配制

称取0.2225 g 碘酸钾基准试剂、1 g 碘化钾和0.10 g 氢氧化钠溶解于水中，并稀释至1000 mL，混匀。

2.11.2 标定

称取0.5000 g 与试样组成类似的已知硫含量的标准试样按5.3进行。

2.11.3 空白试验