



中华人民共和国国家标准

GB 8654.11—88

金属锰化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

Methods for chemical analysis of manganese metal
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

金属锰化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

UDC 669.74
:543.062

GB 8654.11—88

Methods for chemical analysis of manganese metal
The combustion-neutralization titration method
for the determination of sulfur content

本标准适用于金属锰及电解金属锰中硫量的测定。测定范围： $\leq 0.120\%$ 。
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 1400℃ 的高温燃烧管中通氧灼烧 5 min，冷却备用。

2.4 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。

2.5 碱石灰或氢氧化钠（粒状）。

2.6 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。

2.7 吸收液：移取 3.5 mL 过氧化氢（30%）用水稀释至 1 000 mL，混匀。

2.8 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。

2.9 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。

2.10 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.005 \text{ mol/L}$

2.10.1 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。

2.10.2 标定

移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液（2.9）于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水，加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂（0.1%），立即用氢氧化钠标准溶液（2.10.1）滴定至溶液由黄色变为蓝色并保持 30 s 不褪色为终点。

中华人民共和国冶金工业部 1988-02-02 批准

1989-03-01 实施