

硅铁化学分析方法
色层分离硫酸钡重量法测定硫量

UDC 669.15/782
:543.21:546
.22
GB 4333.7—84

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
The chromatographic separation-barium sulfate
gravimetric method for the determination of
sulfur content

本标准适用于硅铁中硫量的测定。测定范围：0.005～0.025%。

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

试样在溴液中，以硝酸、氢氟酸溶解，经高氯酸冒烟，用水溶解盐类后过滤。滤液通过活性氧化铝色层柱，除去大部分干扰元素，用稀氢氧化铵洗脱色层柱上的硫酸根离子，然后以硫酸钡重量法测定硫。

2 试剂与材料

2.1 硼酸。

2.2 硝酸（比重1.42）。

2.3 氢氟酸（比重1.15）。

2.4 高氯酸（比重1.67）。

2.5 高氯酸（1+100）。

2.6 冰乙酸（比重1.05）。

2.7 盐酸（1+1）。

2.8 盐酸（1+20）。

2.9 氢氧化铵（1M）。

2.10 氢氧化铵（0.1M）。

2.11 溴（99%以上）。

2.12 过氧化氢（比重1.10）。

2.13 无水乙醇（99.5%）。

2.14 硝酸铵溶液（0.5%）。

2.15 硝酸银溶液（1%）。

2.16 氯化钡溶液（10%）：经慢速滤纸过滤后备用。

2.17 甲基红乙醇溶液（0.1%）。

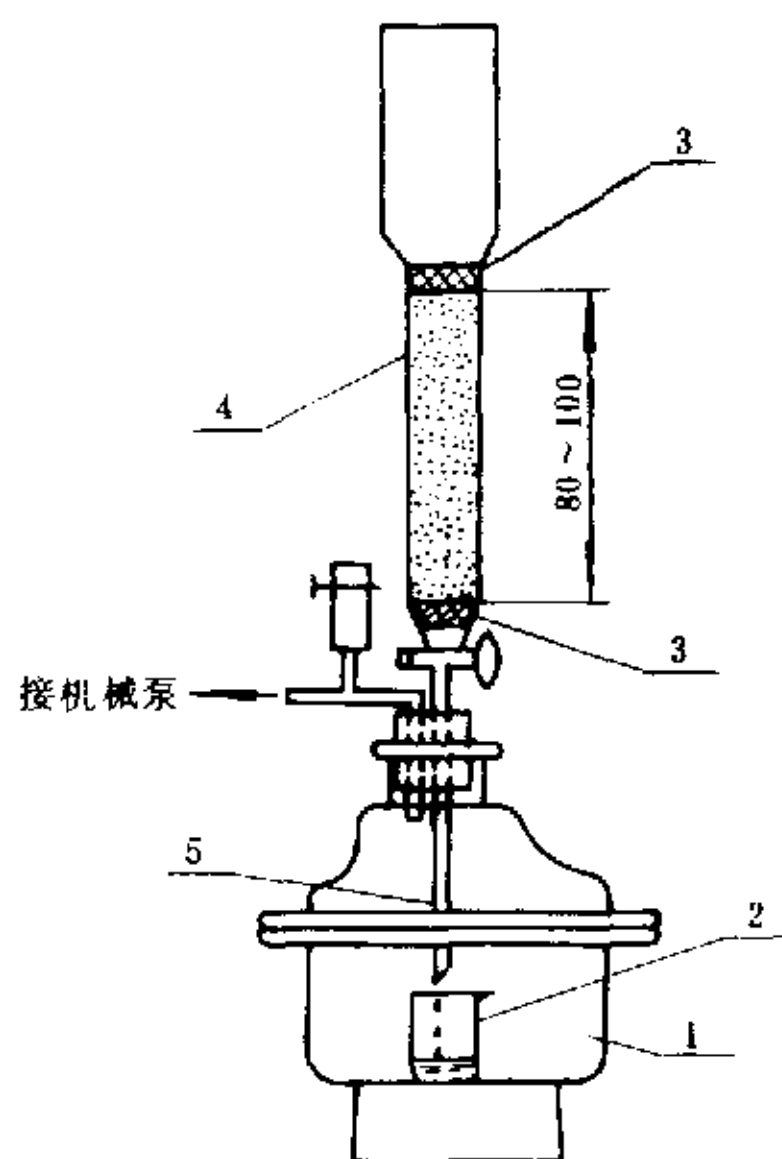
2.18 硫标准溶液：称取1.1200g预先经105℃烘至恒量的硫酸钾（优级纯），置于烧杯中，加水溶解后，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml相当于3.00mg硫酸钡。

2.19 活性氧化铝：粒度小于80目的活性氧化铝，先用1M盐酸浸泡数小时，再用清水漂洗数次，每次将摇动后10s内尚未沉降的细粒倾去后备用。

2.20 脱脂棉。

3 仪器

3.1 氧化铝色层分离装置 (见图)。



1—干燥器；2—烧杯；3—脱脂棉；4—氧化铝；5—软塑料管

3.2 色层柱的制备：于25ml滴定管的底部放入少量脱脂棉，再用少量水将活性氧化铝（2.19）转入滴定管中，其高度为80~100mm，在活性氧化铝柱上端再放入少量脱脂棉。用50ml盐酸（2.8）分三次洗涤并通过色层柱，再用30ml水分二次洗涤色层柱，弃去洗液。以下按5.3.5款进行。滴加5ml氯化钡溶液（2.16），如杯底不出现硫酸钡沉淀即可（否则应继续重复洗涤）。使用过的色层柱可用20ml水和10~15ml盐酸（2.8）通过色层柱使其再生后备用。色层柱的氧化铝约分析18个试样后，需用1M盐酸浸泡数小时才能再多次使用。

4 试样

试样应通过120目筛网。

5 分析步骤

5.1 试样量

试样中硫量为0.010~0.025%时，称取5.000g试样；硫量为0.005~0.010%时需称取两份试样，每份均称取5.000g试样。

5.2 空白试验

随同试样做两份空白试验，取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试样（5.1）置于600ml聚四氟乙烯烧杯中。加入100ml硝酸（2.2）、5ml溴（2.11），然后加入1~2ml氢氟酸（2.3）。在电热板低温处加热至反应开始，取下，逐滴加入50~60ml氢氟酸（2.3），使其缓慢分解。加入50ml高氯酸（2.4），用少量水冲洗杯壁，加热蒸发至冒高氯酸烟并使溶液体积浓缩至30ml左右。取下稍冷，用少量水冲洗杯壁，继续加热至冒高氯酸烟，使溶液体积为20ml左右，取下冷却。加入150ml水和0.1g硼酸（2.1），加热溶解盐类，保温20min。

5.3.2 用中速定量滤纸过滤，并用高氯酸（2.5）洗涤聚四氟乙烯烧杯和滤纸各4~5次，控制溶

液体积在200ml左右(将硫量为0.005~0.010%时的两份试样所得的滤、洗液合并),准确加入2.00 ml 硫标准溶液(2.18)。

注:随同试样所做两份空白试验中此时均应加入2.00 ml 硫标准溶液(2.18)。

5.3.3 将溶液(5.3.2)通过色层柱,流速控制在10~15ml/min。

5.3.4 待溶液全部通过色层柱后,用50ml 盐酸(2.8)分三次洗涤烧杯并通过色层柱。再用30ml 水分二次洗涤色层柱,弃去从色层柱流出的溶液和洗液。

5.3.5 依次用10ml 氢氧化铵(2.9)和35ml 氢氧化铵(2.10)洗脱色层柱上的硫酸根离子,流速控制在5 ml/min。将洗脱液收集在100ml 烧杯中(如有氧化铝等杂质必须过滤除去,用水洗烧杯及滤纸各5~6次,溶液低温浓缩至体积约为45ml),加入一滴甲基红乙醇溶液(2.17),滴加盐酸(2.7)至出现稳定的红色并过量0.50ml。

5.3.6 加入1 ml 冰乙酸(2.6)和5滴过氧化氢(2.12),还原并络合带下的少量铬离子,待蓝色完全褪去后,加10ml 无水乙醇(2.13),搅匀。加热至近沸,滴加5 ml 氯化钡溶液(2.16),同时搅拌至沉淀出现。在60~70℃保温2 h或静置过夜。

5.3.7 用9 cm慢速定量滤纸过滤。用热水将沉淀全部移入滤纸上(一般需冲洗烧杯6~7次,每次约2 ml)。用硝酸铵溶液(2.14)洗涤滤纸及沉淀至无氯离子(一般需冲洗12~13次,每次约2 ml),用硝酸银溶液(2.15)检查。

5.3.8 将沉淀及滤纸移入已灼烧至恒量的铂坩埚中,低温灰化,在800~850℃高温炉中灼烧30 min以上,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧至恒量(m_1)。

5.4 校正曲线的绘制

移取硫标准溶液(2.18)数份(相当于1~15mg硫酸钡,每份取两个),置于100ml 烧杯中,加入13.5ml 氢氧化铵(2.9),加一滴甲基红乙醇溶液(2.17),用盐酸(2.7)中和至出现稳定的红色并过量0.5ml,加水稀释至体积约为45ml,以下按5.3.6至5.3.8款进行。以加入的硫量(相当于以毫克计的硫酸钡的理论值)为横坐标,以测得的硫酸钡量(毫克)的平均值减去理论值所得的差(即校正值)为纵坐标绘制校正曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 0.1374 \times 100$$

式中: m_1 ——试样所测得的硫酸钡质量, g;

m_2 ——以 m_1 从校正曲线上查得的校正值, g;

m_3 ——随同试样所做空白试验(包括以硫酸钡计加入的硫量)的硫酸钡质量, g;

m_4 ——以 m_3 从校正曲线上查得的校正值, g;

m ——试样量, g;

0.1374——硫酸钡换算为硫的换算因数。

7 允许差

		%
硫 含 量	允 许 差	
0.0050~0.0250	0.0025	

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由上海铁合金厂负责起草。

本标准由上海第五钢铁厂起草。

本标准主要起草人丁中甲、杨隆兴。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准 YB 72—65《硅铁化学分析方法》中硫量的测定作废。