

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.8—2009
代替 YS/T 556.8—2006

锑精矿化学分析方法 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 8: Determination of sulfur content—
Combustion-neutralization titrimetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 556—2009《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：锑、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：锑等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 8 部分。

本部分代替 YS/T 556.8—2006《锑精矿化学分析方法 硫量的测定》(原 GB/T 15080.8—1994)。

与 YS/T 556.8—2006 相比,本部分有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司起草。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、赵再英、徐晓艳、庞文林、袁玉霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.8—1994；
- YS/T 556.8—2006。

铋精矿化学分析方法

第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了铋精矿中硫量的测定方法。

本部分适用于铋精矿中硫量的测定。测定范围：1.00%~30.00%。

2 方法提要

试料在高温氧气流中燃烧，使硫转化为二氧化硫，用过氧化氢吸收并氧化成硫酸，以甲基红-次甲基蓝溶液为混合指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色转变为亮绿色即为终点。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 氢氧化钾。

3.2 无水氯化钙。

3.3 过氧化氢溶液(1+19)。

3.4 酚酞指示剂(10 g/L 乙醇溶液)。

3.5 甲基红-次甲基蓝混合指示剂：20 份甲基红乙醇溶液(0.3 g/L)与 3 份次甲基蓝溶液(1 g/L)混合。

3.6 氢氧化钠标准滴定溶液(c_{NaOH} 约 0.2 mol/L)。

3.6.1 配制：称取 8 g 氢氧化钠，置于 250 mL 烧杯中，用煮沸后冷却的水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，并用煮沸后冷却的水稀释至刻度，混匀。贮于塑料瓶中。

3.6.2 标定：称取三份 1.000 0 g 预先在 100 ℃~105 ℃烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂)，置于 300 mL 锥形瓶中，加 60 mL 水溶解，加入 2 滴酚酞指示剂(3.4)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)滴定至微红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)的实际浓度。

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；

V_1 ——滴定邻苯二甲酸氢钾溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——标定中空白溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)的体积，单位为毫升(mL)；

204.2——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

取三份标定结果的平均值为氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)的实际浓度。平行标定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.6)体积的极差值不超过 0.10 mL。

4 装置

所用装置如图 1：