



中华人民共和国国家标准

GB 4699.7—88

硅铬合金化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

Methods for chemical analysis of silicochromium
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

硅铬合金化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

UDC 669.782'26
:543.062

GB 4699.7—88

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

本标准适用于硅铬合金中硫量的测定。测定范围： $\leq 0.025\%$ 。

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

试样在氧气流中燃烧，将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 高纯铁：粉状、硫量小于 0.0010%。
- 2.5 五氧化二钒：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)中加入重铬酸钾或无水铬酸使其饱和，使用上部澄清液。
- 2.9 吸收液：移取 3.5 mL 过氧化氢(30%)用水稀释至 1000 mL, 混匀。
- 2.10 混合指示剂：称取 0.1250 g 甲基红和 0.0830 g 次甲基蓝用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 2.11 氨基磺酸标准溶液：称取约 0.1000 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。
- 2.12 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})=0.005$ mol/L。

2.12.1 配制

称取 0.2000 g 氢氧化钠溶解于 1000 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，使用时取上部澄清液。

2.12.2 标定

移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液(2.11)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(2.12.1)滴定至溶液由黄色变为纯蓝色并保持 30 s 不褪为终点。

2.12.3 用 120 mL 水按 2.12.2 中自加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂(0.1%)起做空白试验。