



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 252.5—2007
代替 YS/T 252.5—1994

高镍钨化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法

Methods for chemical analysis of nickel matte—
Determination of sulfur content—
Combustion-neutralization titrimetric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
高镍硫化学分析方法
硫量的测定 燃烧-中和滴定法
YS/T 252.5—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年7月第一版

*

书号:155066·2-17891

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

YS/T 252《高镍硫化学分析方法》共为五个部分：

YS/T 252.1 高镍硫化学分析方法 镍量的测定 丁二酮肟重量法

YS/T 252.2 高镍硫化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸光度法

YS/T 252.3 高镍硫化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

YS/T 252.4 高镍硫化学分析方法 铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

YS/T 252.5 高镍硫化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法

本部分为第 5 部分。

本部分代替 YS/T 252.5—1994《硫酸钡重量法测定硫量》。与 YS/T 252.5—1994 相比,本部分主要有如下变化:

——分析方法由硫酸钡重量法改为燃烧-中和滴定法;

——增加了重复性限,补充了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。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、大冶有色金属有限公司参加起草。

本部分主要起草人:刘海东、喻生洁、杨秀萍、林秀英、赵军锋、朱玉强。

本部分主要验证人:徐晓艳、阮桂色、郭晓红、李海琼。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替的历次版本标准发布情况为:

——GB 5194—1985;

——YS/T 252—1994。

高镍钨化学分析方法

硫量的测定 燃烧-中和滴定法

1 范围

本部分规定了高镍钨中硫量的测定方法。

本部分适用于高镍钨中硫量的测定。测定范围:15%~25%。

2 方法提要

试料以铜丝为助熔剂,在1 250℃~1 300℃空气流中燃烧,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变为亮绿色即为终点。

3 试剂

- 3.1 铜丝(铜的质量分数 $\geq 99.95\%$,直径为0.25 mm~0.5 mm)。
- 3.2 酸吸收液(重铬酸钾-硫酸溶液):将5 g重铬酸钾以少量水加热溶解,冷却后,加入100 mL硫酸。
- 3.3 干燥剂:无水氯化钙。
- 3.4 碱吸收液:氢氧化钠(50 g/L)。
- 3.5 酚酞指示剂(10 g/L),乙醇溶液。
- 3.6 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:称取0.3 g甲基红和0.25 g次甲基蓝溶解于500 mL无水乙醇中。
- 3.7 过氧化氢吸收液(用时现配):取50 mL过氧化氢,用水稀释至1 L,加入10 mL混合指示剂(3.6),用氢氧化钠溶液(3.8)调至亮绿色出现。
- 3.8 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH}) \approx 0.065 \text{ mol/L}$]:
 - 3.8.1 配制:将氢氧化钠配制成饱和溶液,并在塑料瓶内放置至溶液澄清。移取32 mL上清液,用不含二氧化碳的水稀释至10 L,混匀。
 - 3.8.2 标定:称取四份0.300 g(精确至0.000 1 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,用60 mL不含二氧化碳的热水溶解,冷却后,加入2滴酚酞指示剂(3.5),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数:

$$F_s = \frac{m_1 \times 16.03 \times 10^3}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

F_s ——滴定系数,与1.00 mL氢氧化钠标准滴定溶液相当的硫的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

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

V_0 ——标定时,滴定空白试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

204.2——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量[$M(\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4)$],单位为克每摩尔(g/mol);

16.03——硫的摩尔质量[$M(1/2\text{S})$],单位为克每摩尔(g/mol)。

取四次结果的平均值。四次标定结果的极差值不大于0.006 0 mg/mL,否则重新测定。