



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.5—2017
代替 GB/T 5195.5—2006

萤石 总硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法

Fluorspar—Determination of total sulfur content—
Pipe furnace combustion iodic acid potassium titration method

2017-09-07 发布

2018-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 5195 分为 16 个部分：

- 第 1 部分：萤石 氟化钙含量的测定 EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法；
- 第 2 部分：萤石 碳酸盐含量的测定；
- 第 3 部分：萤石 105 °C 质损量的测定 重量法；
- 第 4 部分：萤石 硫化物含量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：萤石 总硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法；
- 第 6 部分：萤石 磷含量的测定 分光光度法；
- 第 7 部分：萤石 锌含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：萤石 二氧化硅含量的测定；
- 第 9 部分：萤石 灼烧减量的测定 重量法；
- 第 10 部分：萤石 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 11 部分：萤石 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：萤石 砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 13 部分：萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 14 部分：萤石 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：萤石 钙、铝、硅、磷、硫、钾、铁、钡、铅含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 16 部分：萤石 硅、铝、铁、钾、镁和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 5195 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5195.5—2006《萤石 总硫含量的测定 燃烧碘量法》。本部分与 GB/T 5195.5—2006 相比，主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2006 年版的第 2 章)；
- 将碘酸钾称取量由 0.223 g 改为 0.222 5 g(见 4.7.1,2006 年版的 4.6)；
- 增加了碘酸钾标准滴定溶液对同类标准物质/标准样品滴定度的标定(见 4.7.2)；
- 结果计算改为用标准滴定溶液浓度计算或用滴定度计算两种方式(见 8.1,2006 年版的第 8 章)；
- 增加了分析结果的确定和表示(见 8.2)；
- 增加了规范性附录 A(见附录 A)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：首钢总公司、首钢水城钢铁(集团)有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：杨志强、张磊、宋鹏心、刘卫平、龙国荣、吴丽萍、崔淑雅、郭武卫、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5195.5—1985；
- GB/T 5195.5—2006。

萤石 总硫含量的测定

管式炉燃烧-碘酸钾滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 5195 的本部分规定了用管式炉燃烧-碘酸钾滴定法测定总硫含量的方法。
本部分适用于萤石中总硫含量的测定。测定范围(质量分数)为:0.010%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
- GB/T 22564 萤石 取样和制样

3 原理

试料与三氧化钨混合,在氮气流中于 $1\ 200\ ^\circ\text{C} \pm 25\ ^\circ\text{C}$ 加热燃烧,将试料中硫转化为二氧化硫,以酸性碘化钾-淀粉溶液吸收二氧化硫,用碘酸钾标准滴定溶液滴定。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级或以上蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 助熔剂,三氧化钨(含硫量小于 0.001%),粉状。
- 4.2 二氧化碳吸收剂,粒度范围:0.5 mm~2 mm。
- 4.3 无水高氯酸镁,粒度范围:0.5 mm~2 mm。
- 4.4 盐酸,1+66。
- 4.5 碘化钾溶液,30 g/L。
- 4.6 淀粉溶液,20 g/L。

称取 2 g 可溶性淀粉于 300 mL 烧杯中,加 10 mL 水混合均匀,加入 50 mL 沸水,不断搅拌,加热煮沸约 1 min,冷却后以水稀释至 100 mL,混匀。

4.7 碘酸钾标准滴定溶液:

- a) 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.006\ 237\ \text{mol/L}$]