

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 159.5—2015

代替 YB/T 159.5—1999

钛精矿(岩矿) 硫含量的测定 燃烧碘量法

Titanium concentrate(rock minerals)—Determination of sulfur content—The
combustion iodometric method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YB/T 159《钛精矿(岩矿)》分为以下 7 个部分:

- 第 1 部分 钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分 钛精矿(岩矿) 全铁含量的测定 三氯化钛重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分 钛精矿(岩矿) 氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分 钛精矿(岩矿) 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分 钛精矿(岩矿) 硫含量的测定 燃烧碘量法;
- 第 6 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 EGTA-CyDTA 滴定法;
- 第 7 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 YB/T 159 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 YB/T 159.5—1999《钛精矿(岩矿)化学分析方法 燃烧碘量法测定硫含量》，与 YB/T 159.5—1999 相比，主要技术变化如下：

- 本部分增加了“警告”说明和“试验报告”要求；
- 更新了规范性引用文件；
- 修改了取样和制样的要求，规定按照 GB/T 6730.1 和 GB/T 10322.1 的要求进行制取样；
- 本部分增加了“结果计算”要求及规范性附录 A。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位：国家冶金工业铁精矿质量监督检测中心、国家钒钛制品质量监督检验中心、金属矿产资源高效循环利用国家工程研究中心。

本部分主要起草人：李敏、徐修平、罗云川、海冰、黄元。

本部分所代替标准的历次发布情况：

- YB/T 159.5—1999。

钛精矿(岩矿) 硫含量的测定 燃烧碘量法

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

本部分规定了用燃烧碘量法测定硫含量。

本部分适用于钛精矿(岩矿)中硫含量的测定,测定范围(质量分数):0.025%~0.50%。

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,仅所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 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

3 原理

试料与三氧化钨混合,以氮气作载气,在管式电阻炉中于 1200℃~1250℃ 高温下加热燃烧(或试料加铜箔,以氧气作载气,在管式电阻炉中于 1250℃~1350℃ 高温下加热燃烧),用含淀粉及碘化钾的稀盐酸溶液吸收燃烧生成的二氧化硫,并用碘酸钾标准溶液滴定。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水,符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 三氧化钨,在 700℃ 灼烧 2h。

4.2 铜箔。

4.3 盐酸,1+66。

4.4 碘化钾溶液,30g/L。

4.5 碘酸钾标准溶液,0.001042mol/L。

称取 0.2230g 预先在 105℃~110℃ 干燥至恒重并置于干燥器中冷却至室温的基准碘酸钾,溶于水中,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1mL 相当于 0.10mg 硫。

4.6 淀粉溶液,20g/L。

称取 2g 淀粉,置于 200mL 烧杯中加 10mL 水制成悬浮液,加入 50mL 沸水搅拌,再加入 30mL 饱和硼酸溶液,1 滴~5 滴盐酸(ρ 1.19g/mL),冷却。稀释至 100mL,混匀。待沉淀后,取上层清液使用。

4.7 无水高氯酸镁,粒度 0.71mm~1.18mm。

4.8 浓硫酸, ρ 1.84g/mL。

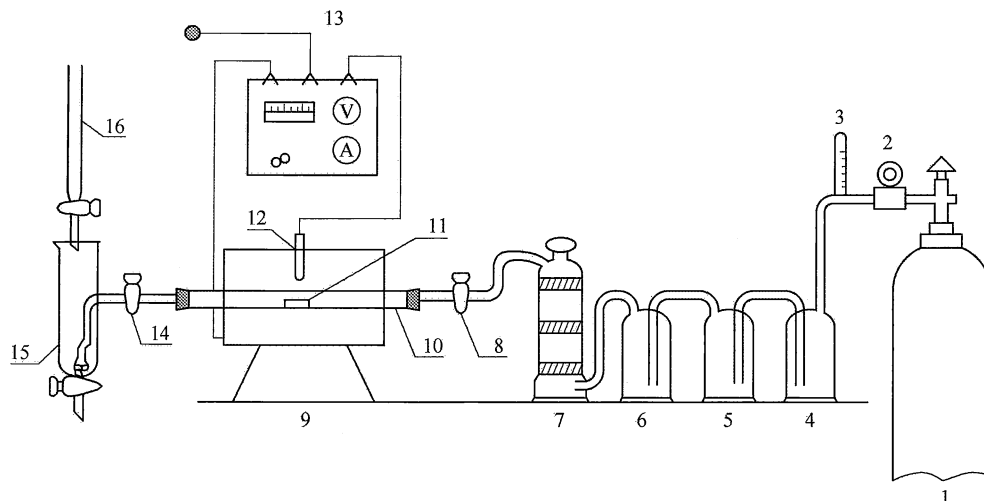
4.9 高锰酸钾、氢氧化钾混合溶液。

称取 5.0g 高锰酸钾于 200mL 烧杯中,加 80mL 水,搅拌溶解,再加入 40.0g 氢氧化钾溶解,用水稀释至 100mL。

4.10 烧碱石棉,粒度 0.71mm~1.18mm。

5 仪器

仪器与装置示意图见图 1。



- 1——氮气瓶(或氧气钢瓶);
- 2——分压表(带缓冲阀);
- 3——气体流量计;
- 4——缓冲瓶;
- 5——洗气瓶 I;
- 6——洗气瓶 II;
- 7——干燥塔;
- 8——进气活塞;
- 9——管式电阻炉;
- 10——瓷管;
- 11——瓷舟;
- 12——铂-铂铑热电偶;
- 13——炉温控制器;
- 14——出气活塞;
- 15——吸收器;
- 16——滴定管。

图 1 仪器与装置示意图

5.1 载气净化装置

5.1.1 缓冲瓶(见图 1 中 4)。

5.1.2 洗气瓶 I(见图 1 中 5):内盛浓硫酸(见 4.8),液面高度 50mm~60mm。

5.1.3 洗气瓶 II(见图 1 中 6):内盛高锰酸钾、氢氧化钾混合溶液(见 4.9),液面高度 50mm~60mm。

5.1.4 干燥塔(见图 1 中 7):下层装烧碱石棉(见 4.10),上层装无水高氯酸镁(见 4.7)。顶端及底部放玻璃棉。

5.2 管式电阻炉(见图 1 中 9):可使燃烧管在 1350℃连续工作。

5.3 瓷管(或高铝管,见图 1 中 10):耐温 1350℃,规格:23mm×27mm×600mm。

5.4 瓷舟(见图 1 中 11):长 97mm,需预先在高温炉内于 1100℃灼烧 2h。

5.5 吸收器(见图 1 中 15,图 2):规格直径 30mm,高 270mm,喷嘴高 180mm。

单位为 mm

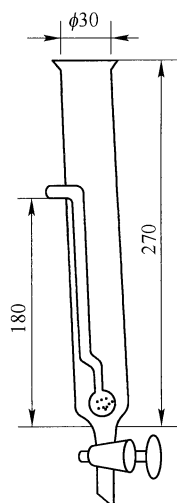


图 2 吸收器规格图

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样。一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ 。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

6.2 预干燥试样的制备

按照 GB/T 6730.1 在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

按表 1 称取试样,精确至 0.0001g 。

表 1

硫含量/%	试料量/g
0.025~0.30	0.50
>0.30~0.50	0.25

7.3 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.5 测定

7.5.1 以氮气为载气

7.5.1.1 按图 1 连接好测定装置、将管式电阻炉温升至 $1200^\circ\text{C} \sim 1250^\circ\text{C}$,通氮气检查,确信装置不漏

气后才能测定。将试料(见 7.2)置于预先盛有 1.0g 三氧化钨(见 4.1)的小皿中,充分混匀后均匀置于瓷舟内。

7.5.1.2 将 80mL 盐酸(见 4.3)、1mL 碘化钾(见 4.4)、1mL 淀粉(见 4.6)注入吸收器内,先打开进气活塞(8),后打开发出气活塞(14),调节载气流量为 500mL/min~700mL/min,用碘酸钾标准溶液(见 4.5)滴定至吸收液呈淡蓝色,记下滴定体积 V_2 。然后关闭出气活塞(14),再关闭进气活塞(8)。

7.5.1.3 将称有试料的瓷舟推入管式电阻炉高温处,立即塞紧橡皮塞,打开进气活塞(8),预热 30s,再打开发出气活塞(14),调节气体流量为 500mL/min~700mL/min,立即用碘酸钾标准溶液(见 4.5)滴定,使溶液上层始终保持蓝色。待吸收液变色速度减慢后,气流速度可慢慢加大些,继续通气 5min 左右,使吸收液保持稳定蓝色。最后把吸收液滴定至淡蓝色为终点,记录消耗的碘酸钾标准溶液体积(V_1)。

7.5.2 以氧气为载气

按图 1 连好测定装置,将管式电阻炉炉温升至 $1300^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$,通氧气检查,确信装置不漏气后才能测定。将试料(见 7.2)均匀置于瓷舟内,覆盖约 0.5g 铜箔(见 4.2)以下操作按 7.5.1.2 和 7.5.1.3 进行。

8 结果计算

8.1 硫含量的计算

按式(1)计算硫含量(w_s),以质量百分数表示:

$$w_s(\%) = \frac{(V_1 - V_2)}{m} \times 0.0001000 \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——滴定试料溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定随同试料空白溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

0.0001000——每毫升碘酸钾标准溶液相当于硫的量,单位为克每毫升(g/mL)。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表 2 规定的允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 2 规定的允许差,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,保留两位有效数字。

9 允许差

实验室内分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 硫含量的允许差

%(质量分数)

硫含量	允许差
0.025~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.01
>0.10~0.25	0.02
>0.25~0.50	0.03

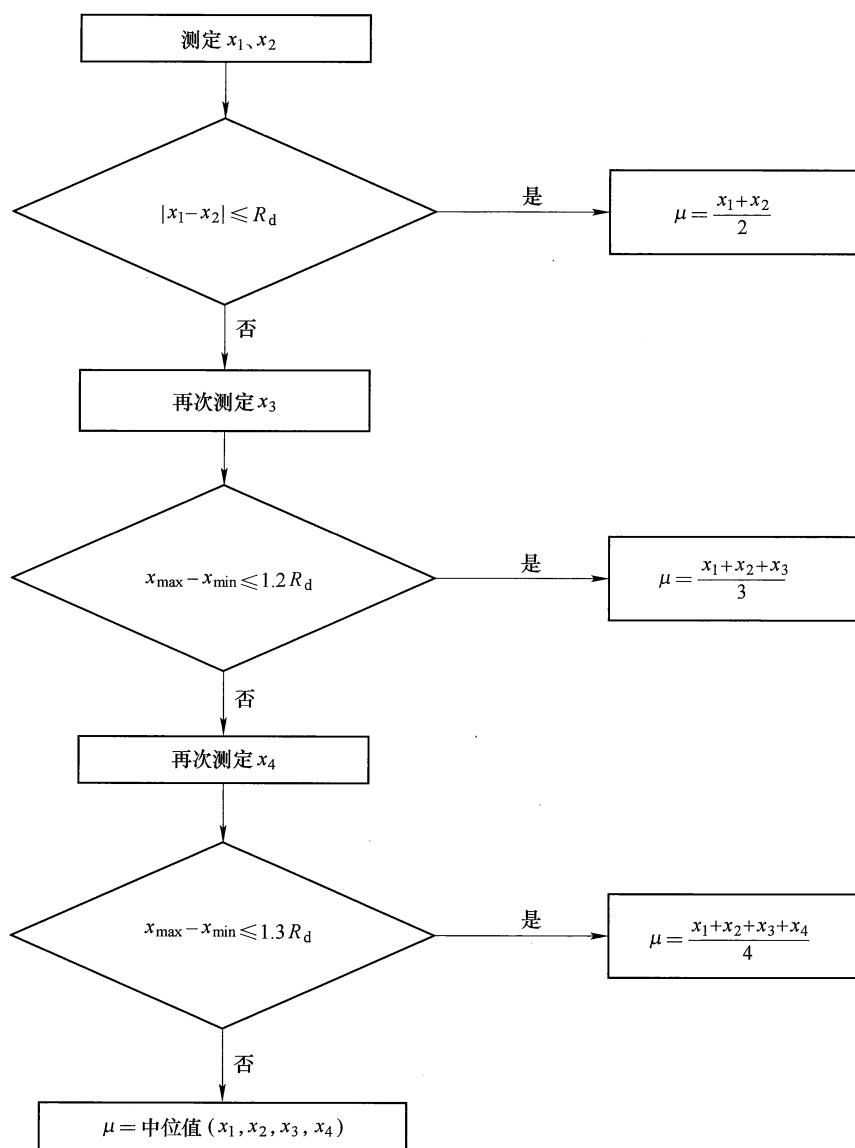
10 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 标准样品名称和结果；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

从独立的重复结果开始



注: R_d 即表 2 所列允许差。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图

中华人民共和国黑色冶金
行业标准
钛精矿(岩矿) 硫含量的测定
燃烧碘量法

YB/T 159.5—2015

*

冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009
北京七彩京通数码快印有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2015 年 9 月第一版 2015 年 9 月第一次印刷

*

统一书号:155024·0754 定价:25.00 元

155024·0754



9 715502 407547 >