ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.2—2000

锌精矿化学分析方法 硫量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of sulfur content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前　言

本标准是对 GB/T 8151.2—1987《锌精矿化学分析方法　燃烧中和滴定法测定硫量》的修订。修订的主要内容是氢氧化钠标准滴定溶液的标定。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第 1 单元：标准的起草与表述规则　第 1 部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 14265—1993　金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，代替 GB/T 8151.2—1987。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由葫芦岛锌厂起草。

本标准主要起草人：周　伟、王向红、冯志维。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 硫量的测定

GB/T 8151.2—2000

代替 GB/T 8151.2—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of sulfur content

1 范围

本标准规定了锌精矿中硫含量的测定。

本标准适用于锌精矿中硫含量的测定。测定范围：20.00%～40.00%。

2 方法提要

试料在高温氧气流中燃烧，使其中硫化物氧化、硫酸盐分解成二氧化硫，以过氧化氢溶液吸收并氧化成硫酸。以甲基红与次甲基蓝为混合指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为绿色为终点。

技术条件规定量的共存元素不干扰硫的测定。

3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 变色硅胶。

3.3 氧化铜，粉状。

3.4 铅粉(≥99.99%)。

3.5 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

3.6 硫酸(1+1)，优级纯。

3.7 硝酸(1+3)，优级纯。

3.8 高锰酸钾-氢氧化钠溶液：称取3.0 g高锰酸钾溶于100 mL水中，加入10 g氢氧化钠(3.1)，溶解，装入洗气瓶中。

3.9 混合指示剂：次甲基蓝溶液(1.6 g/L)和甲基红乙醇溶液(1.2 g/L)，使用前按等体积混合。

3.10 过氧化氢吸收液：1 000 mL溶液中含50 mL过氧化氢[30%(*m*/*m*)]，加1 mL混合指示剂(3.9)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.12)和硫酸(1+19)调至溶液刚呈绿色(限一周内使用)。

3.11 硫酸铅基准试剂的制备

称取20 g铅粉(≥99.99%)于500 mL的烧杯中，加入30 mL硝酸(3.7)溶解，待反应完全后过滤除去悬浮物，加入20 mL硫酸(3.6)，沉降2 h后用中速定量滤纸过滤，用蒸馏水洗至中性，在烘箱内烘干，放到瓷坩埚中，于马弗炉780℃灼烧1 h，取出稍冷放入干燥器中。待室温后取出放入研钵中研磨，再放入马弗炉780℃灼烧1 h后取出，放入干燥器中作为基准物。

3.12 氢氧化钠标准滴定溶液(约0.1 mol/L)。

3.12.1 配制：取7 mL氢氧化钠溶液(400 g/L)放入1 L的塑料筒中，用煮沸并冷却的蒸馏水稀释至

国家质量技术监督局2000-02-16批准　　2000-08-01实施

1 L。混匀。

3.12.2 标定：准确称取 0.400 0 g 硫酸铅基准试剂(3.11)于瓷舟中，覆盖 0.5 g 氧化铜(CuO)，按分析方法同时进行标定，记录消耗氢氧化钠的体积。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数：

$$F = \frac{m \times 0.1057}{V_1 - V_0} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：F——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数，g/mL；

m——称取硫酸铅的质量，g；

V_1——标定时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，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，mL；

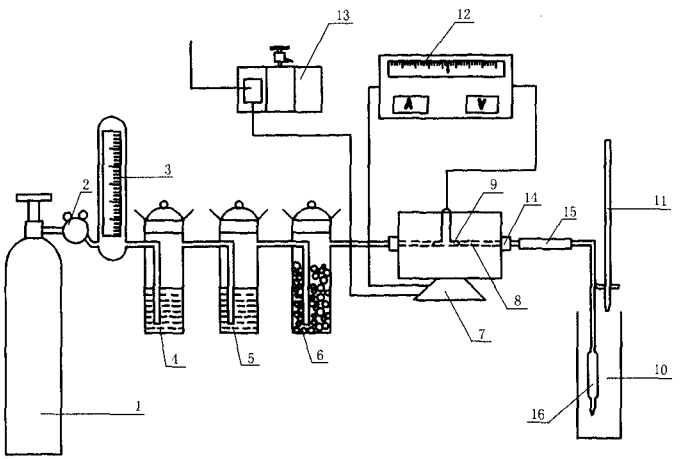
0.105 7——硫酸铅转化为硫的系数。

取三份标定结果的平均值为滴定系数，三次标定结果的极差值应不大于 0.000 01 g/mL。否则，重新标定。

4 仪器

4.1 高温管式电炉：最高温度 1 350℃，常用温度 1 250℃。

4.2 定硫装置见图 1。



1—氧气瓶；2—减压阀；3—转子流量计(0～1 L/min)；4—洗气瓶[内装高锰酸钾-氢氧化钠溶液(3.8)，液面高约 1/3 瓶高]；5—洗气瓶[内装硫酸(3.5)，液面高约 1/3 瓶高]；6—干燥塔(装变色硅胶)；7—高温管式电炉；8—锥形瓷管(内径 18 mm，外径 22 mm，总长 600 mm)；9—瓷舟(88 mm，预先在 1 000℃灼烧 2 h)；10—150 mL 吸收管；11—滴定管；12—温度控制器；13—可控硅电源；14—橡胶塞；15—乳胶管；16—一孔气体扩散管(用 10 mL 移液管按图制好，底部烧成一小细孔)

图 1 燃烧中和滴定法定硫装置图

5 试样

5.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

5.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.150 0 g 试料，精确至 0.000 1 g。

独立地进行二次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 准备工作

6.3.1.1 接通电源，分 2～3 次逐渐加大电压升温至 1 250℃并恒温。

6.3.1.2 将瓷管锥形头移至炉膛中间灼烧各部分至无气体逸出，按规定位置固定。

6.3.1.3 在 150 mL 的吸收管内加入 80 mL 的过氧化氢吸收液，按图 1 接好全部装置后在通气的条件下，检查装置的气密性，当关闭进气端时吸收瓶内应无气泡产生。如发现漏气，必须调至不漏气为止。

6.3.2 将试料(6.1)均匀铺于瓷舟中，覆盖 0.5 g 的氧化铜(3.3)，用镍铬丝钩将盛有试料的燃烧瓷舟迅速推入锥形瓷管的温度最高处，立即塞紧胶塞通入氧气助燃，调整好氧气的流量在 0.15～0.20 L/min之间，吸收 5 min 后，调整好氧气的流量在 0.40～0.50 L/min 之间开始滴定，吸收液以氢氧化钠标准滴定溶液(3.12)滴定至刚呈绿色为终点。

7 分析结果的表述

按式(2)计算硫的百分含量：

$$S(\%) = \frac{F(V_2 - V_0)}{m_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：F——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数，g/mL；

V_2——测定时滴定试料溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_0——测定时滴定空白试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

硫 含 量	允 许 差
20.00～30.00	0.40
>30.00～40.00	0.50