



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.13—2010
代替 GB/T 14506.13—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 13 部分：硫量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 13: Determination of sulfur content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

硅酸盐岩石化学分析方法

第 13 部分:硫量测定

GB/T 14506.13—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字

2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40957

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钡量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 14506.13—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量》。

本部分与 GB/T 14506.13—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。



本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：郑存江、戴雪峰、陆丁荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.13—1993。

硅酸盐岩石化学分析方法

第 13 部分:硫量测定

警示——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 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中硫量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中硫量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中硫量的测定。

测定范围:0.01%~1%的硫量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 原理

试料与氧化铜混合,在高温管式炉(1 250 ℃~1 350 ℃)氧气流中灼烧,使各种形态的硫转化成二氧化硫气体逸出,用含有淀粉指示剂的稀盐酸溶液吸收,以含有碘化钾的碘酸钾标准滴定溶液滴定,计算硫量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 氢氧化钠。

4.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。警告——不当的稀释易发生危险!

4.3 硫酸(1+20)。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.5 盐酸 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。

4.6 无水氯化钙。

4.7 碘化钾。

4.8 碘化钾溶液(40 g/L)。

4.9 硫酸铜溶液(50 g/L)。

4.10 高锰酸钾溶液(50 g/L)。

4.11 线状氧化铜(含硫量小于 0.001%)。

4.12 碘酸钾标准滴定溶液配制和标定:

a) 碘酸钾标准滴定溶液 $c(\text{KIO}_3)=1.040 \text{ mmol/L}$:

称取 0.222 5 g 预先经 105 ℃干燥 2 h 的碘酸钾(KIO_3),溶解于含有 1 g 碘化钾(4.7)及 1 g 氢氧化钠(4.1)的水中,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 碘酸钾标准滴定溶液 $c(\text{KIO}_3)=0.519 6 \text{ mmol/L}$:

称取 0.111 2 g 预先经 105 ℃干燥 2 h 的碘酸钾(KIO₃),溶解于含有 1 g 碘化钾(4.7)及 1 g 氢氧化钠(4.1)的水中,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

注:用含硫量与组成和试料相近的标准物质进行标定,由其求得滴定度计算试料的含硫量。

c) 碘酸钾标准溶液的标定

称取和分析试料成分和含硫量相近的标准物质三份,按(7.5.2)分析步骤进行。根据含硫量,大于 0.1%硫的用碘酸钾标准溶液[4.12a)]滴定,小于 0.1%硫的用碘酸钾标准溶液[4.12b)]滴定。

$$T = \frac{S}{V - V_1}$$

.....(1)

式中:

T——碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

S——称取标准试料中含硫量,单位为毫克(mg);

V——滴定标准试料消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₁——滴定试料空白消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.13 吸收液:称取 0.5 g 淀粉用少量水调成糊状,搅拌下加入 100 mL 沸水,煮沸 2 min,取下冷却,加 5 mL 盐酸(4.4),加水至 1 000 mL。

5 仪器和装置

5.1 硫量测定装置

硫量测定装置见图 1。

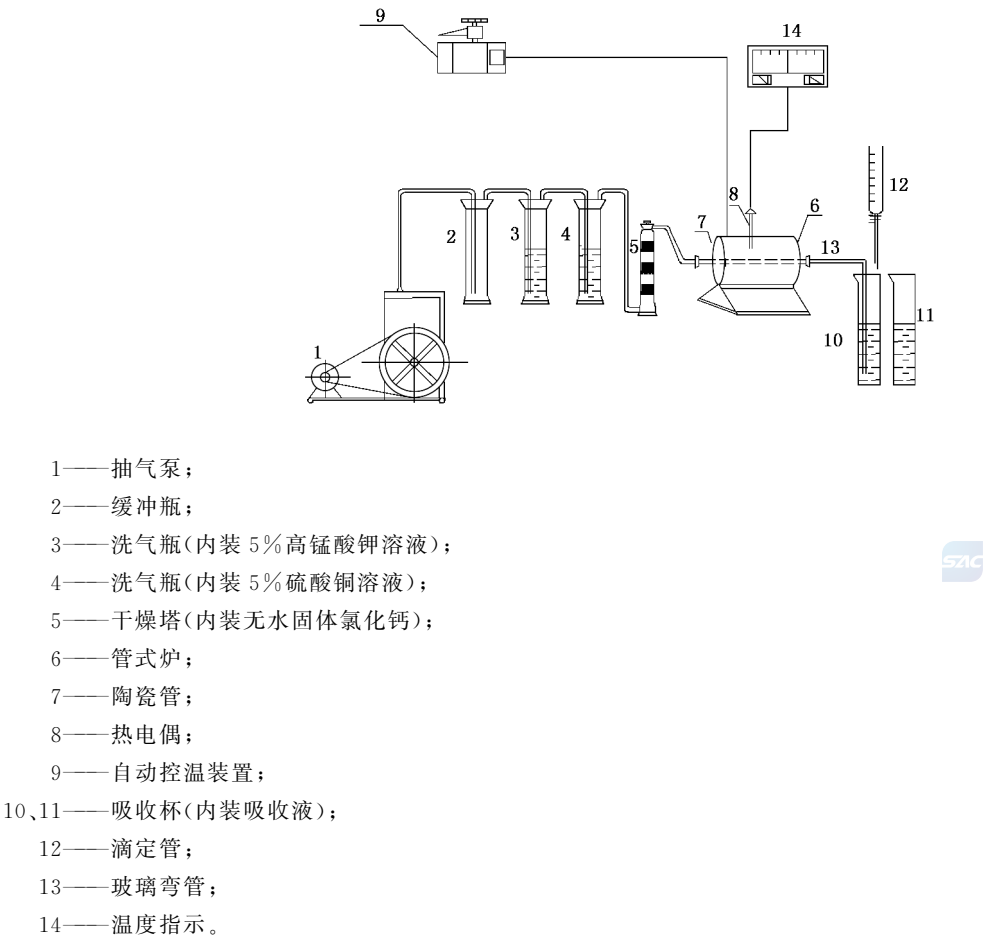


图 1 硫量测定装置

- 5.2 瓷舟:经 1 000 ℃灼烧后使用。
- 5.3 天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74 μm。
- 6.2 试样应在 105 ℃预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

根据硫含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量及分取试料溶液

含量范围/%	试料量/g	选取滴定溶液/(mmol/L)
<0.05	1.0	0.519 6[4.12b)]
0.05~0.2	0.5	0.519 6[4.12b)]
>0.2~0.5	0.2	1.040[4.12a)]
>0.5~1	0.1	1.040[4.12a)]

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 准备

在吸收瓶内加入吸收液(4.13),滴定管充满所需用的碘酸钾标准滴定溶液[4.12a)]或[4.12b)],将管式炉升温至 1 250 ℃~1 350 ℃,打开抽气泵让气流通过整个测定系统,控制其流量为每秒通过吸收瓶 2 个~3 个气泡,再逐段检查其密封情况,当确信其不漏气后,从滴定管向吸收器滴入碘酸钾标准滴定溶液至得到稳定的蓝色。

7.5.2 空白值的测定

向瓷舟加入 0.5 g 氧化铜(4.11),取下陶瓷管端橡皮塞,将瓷舟放入管内,再用镍铬丝钩把瓷舟推入高温区,立即塞紧塞子,使气体通过吸收器,待吸收液褪色时,立即从滴定管加入碘酸钾标准滴定溶液,直至保持稳定的蓝色,记下读数。

7.5.3 测量

按(7.2)称取试料置于瓷舟中,加入 0.5 g 氧化铜(4.11),以下按(7.5.2)分析步骤进行。

注:一般测定 3 次~4 次后,更换新的吸收液,以保证终点变化敏锐、清晰。

8 结果计算

计算结果以质量分数 $w(S)$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算硫量。

$$w(S) = \frac{(V_1 - V_0) T \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

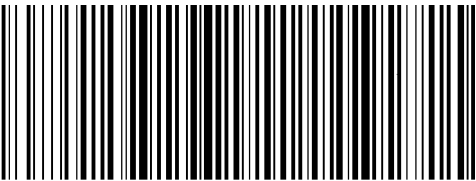
式中：
 V_1 ——滴定试料消耗碘酸钾标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；
 V_0 ——滴定试料空白消耗碘酸钾标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；
 T ——碘酸钾标准滴定溶液对硫的滴定度，单位为毫升每升(mg/L)；
 m ——试料量，单位为克(g)。
分析结果表示至小数点后第三位。

9 精密度

硅酸盐岩石中硫量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
S	0.005~0.38	$r=0.031\ 3m^{0.46}$	$R=0.057\ 8m^{0.41}$
注：本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试样进行实验确定的。			



GB/T 14506.13-2010