



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.8—2007

金矿石化学分析方法 第 8 部分：硫量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores —
Part 8: Determination of sulfur contents

2007-04-27 发布

2007-11-01 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 20899《金矿石化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定；
- 第 3 部分：砷量的测定；
- 第 4 部分：铜量的测定；
- 第 5 部分：铅量的测定；
- 第 6 部分：锌量的测定；
- 第 7 部分：铁量的测定；
- 第 8 部分：硫量的测定；
- 第 9 部分：碳量的测定；
- 第 10 部分：铋量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 20899 的第 8 部分。

本部分由中华人民共和国国家发展和改革委员会提出。

本部分由长春黄金研究院归口。

本部分由国家金银及制品质量监督检验中心(长春)负责起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、陈培军、刘正红、张琦。

金矿石化学分析方法
第 8 部分：硫量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中硫含量的测定方法。
本部分适用于金矿石中硫含量的测定。

2 硫酸钡重量法测定硫量(测定范围:1.00%~15.00%)

2.1 方法提要

试料在 800℃经碳酸钠、氧化锌、高锰酸钾混合熔剂熔融后,用水溶解可溶物,并用氯化钡沉淀溶液中的硫酸根,沉淀经过滤、灼烧后称重,按硫酸钡的质量计算试样中硫的含量。

2.2 试剂

- 2.2.1 混合熔剂:将无水碳酸钠、氧化锌、高锰酸钾按质量比为 1 : 1 : 0.1 相混合,研细,混匀。
- 2.2.2 过氧化氢(3+7)。
- 2.2.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 2.2.4 无水碳酸钠溶液(20 g/L)。
- 2.2.5 氯化钡溶液(100 g/L):过滤后使用。
- 2.2.6 硝酸银溶液(10 g/L):每 100 mL 硝酸银溶液中加入 3 滴~4 滴硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 2.2.7 甲基橙指示剂(1 g/L)。

2.3 试样

- 2.3.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。
- 2.3.2 试样在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

2.4 分析步骤

2.4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。
独立地进行两次测定,取其平均值。

表 1

硫质量分数/%	试料量/g
1.00~5.00	1.00
>5.00~15.00	0.50

2.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

2.4.3 测定

- 2.4.3.1 在 25 mL 瓷坩埚中铺 1 g~2 g 混合熔剂(2.2.1),于另一瓷坩埚中,加入 4 g~6 g 混合熔剂(2.2.1),加入试料(2.4.1),搅拌均匀,移入铺有混合熔剂的瓷坩埚中,上面再覆盖一层 1 g~2 g 混合熔剂(2.2.1)。
- 2.4.3.2 将坩埚放入高温炉中,稍开炉门,从室温逐渐升温至 800℃,保温 20 min,取出冷却。

2.4.3.3 将坩埚中半熔物移入盛有 100 mL 热水的 250 mL 烧杯中,以热水洗净坩埚,并稀释至 150 mL,加入 2 mL 过氧化氢(2.2.2),煮沸数分钟,以倾泻法用慢速定量滤纸过滤于 500 mL 烧杯中,以无水碳酸钠溶液(2.2.4)洗烧杯 4 次,洗沉淀 8 次~10 次。

2.4.3.4 向滤液中加入 1 滴~2 滴甲基橙指示剂(2.2.7),用盐酸(2.2.3)中和至溶液变红,再过量 3 mL。

2.4.3.5 将滤液用水稀释至体积为 300 mL,煮沸,趁热在不断搅拌下缓慢加入 20 mL 氯化钡溶液(2.2.5),煮沸,于室温下静置 3 h。

2.4.3.6 用慢速定量滤纸过滤,用热水洗沉淀至无氯离子(用硝酸银溶液(2.2.6)检验)。

2.4.3.7 将沉淀连同滤纸放入 25 mL 瓷坩埚中,置于低温电炉上,烘干灰化,于 $780^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中灼烧 0.5 h,取出瓷坩埚置于干燥器中,冷至室温后称重,并重复灼烧至恒量。

2.5 结果计算

按式(1)计算硫的质量分数:

$$w(\text{S}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.1374}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(\text{S})$ ——硫的质量分数,用%表示;

m_1 ——试料沉淀与瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——空白沉淀与瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——空白瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

0.1374——硫酸钡换算为硫的换算因数。

所得结果表示至两位小数。



2.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

单位为%

硫质量分数	允许差
1.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.20
>10.00~15.00	0.30

3 燃烧-酸碱滴定法测定硫量(测定范围:0.10%~15.00%)

3.1 方法提要

试料在 $1250^{\circ}\text{C} \sim 1300^{\circ}\text{C}$ 高温氧气流中燃烧,使硫转化成二氧化硫,用过氧化氢溶液吸收并氧化成硫酸。以甲基红-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红色变为亮绿色即为终点。

3.2 试剂

3.2.1 氢氧化钠。

3.2.2 变色硅胶。

3.2.3 氧化铜,粉状。

- 3.2.4 铅粉(Pb 的质量分数≥99.99%)。
- 3.2.5 硫酸(ρ1.84 g/mL)。
- 3.2.6 硫酸(1+1)。
- 3.2.7 硝酸(1+3)。
- 3.2.8 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(3.2.1),溶解后装入洗气瓶中。
- 3.2.9 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:称取 0.12 g 甲基红和 0.08 g 次甲基蓝(两者均需研细),溶于 100 mL 无水乙醇中。
- 3.2.10 过氧化氢吸收液:移取 100 mL 过氧化氢(30%),加水稀释至 2 000 mL,加 1 mL 混合指示剂(3.2.9)。限一周内使用。
- 3.2.11 硫酸铅基准试剂的制备:

称取 20 g 铅粉(3.2.4)于 500 mL 的烧杯中,加入 30 mL 硝酸(3.2.7)溶解,待反应完全后过滤除去悬浮物,加入 20 mL 硫酸(3.2.6),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,于高温炉 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,再放入高温炉 780℃灼烧 1 h 后取出,放入干燥器中作为基准物。

- 3.2.12 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)= 0.10 mol/L]:
 - 3.2.12.1 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。吸取 50 mL 上清液,用不含二氧化碳的水稀释至 10 L,混匀。
 - 3.2.12.2 标定:准确称取 0.400 0 g 硫酸铅基准试剂(3.2.11)于瓷舟中,覆盖 0.5 g 氧化铜(3.2.3),按 3.5.3.4、3.5.3.5 同时进行标定,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

按式(2)计算氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数:

$$F = \frac{m \times 0.1057}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- F —— 氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数,单位为克每毫升(g/mL);
- m —— 称取硫酸铅的质量,单位为克(g);
- V₀ —— 标定时,滴定空白溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₁ —— 标定时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.105 7 —— 硫酸铅转化为硫的系数。

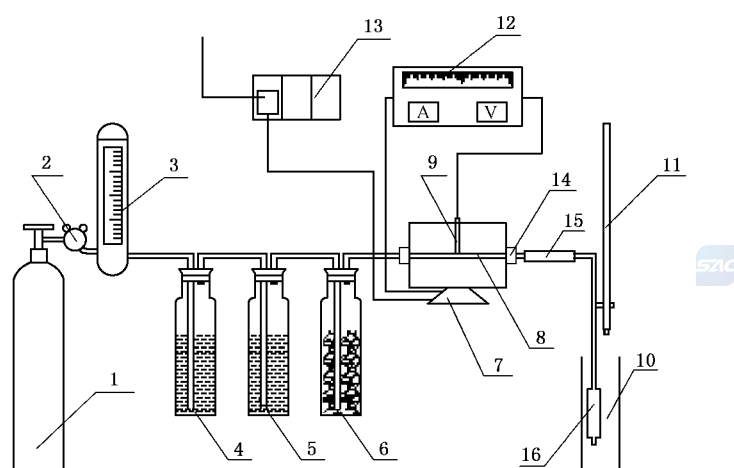
平行标定三份,测定值保留四位有效数字,其极差值不大于 1×10⁻⁵ g/mL 时,取其平均值,否则重新标定。

3.3 装置

- 3.3.1 高温管式电炉:最高温度 1 350℃,常用温度 1 300℃。
- 3.3.2 温度自动控制器(0℃~1 600℃)。
- 3.3.3 转子流量计(0 L/min~2 L/min)。
- 3.3.4 锥形燃烧管:内径 18 mm,外径 22 mm,总长 600 mm。
- 3.3.5 瓷舟:长 88 mm,使用前应在 1 000℃预先灼烧 1 h。
- 3.3.6 硫的测定装置(见图 1)。

3.4 试样

- 3.4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。
- 3.4.2 试样在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。



- 1——氧气瓶；
- 2——减压阀；
- 3——转子流量计；
- 4——洗气瓶[内装高锰酸钾-氢氧化钠溶液(3.2.8),液面高约 1/3 瓶高]；
- 5——洗气瓶[内装硫酸(3.2.5),液面高约 1/3 瓶高]；
- 6——干燥塔[内装变色硅胶(3.2.2)]；
- 7——高温管式电炉；
- 8——锥形瓷管；
- 9——瓷舟；
- 10——150 mL 气体吸收瓶；
- 11——滴定管；
- 12——温度控制器；
- 13——电源；
- 14——橡胶塞；
- 15——乳胶管；
- 16——多孔气体扩散管。

图 1 燃烧-酸碱滴定法定硫装置图

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

3.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.3 测定

3.5.3.1 将试料(3.5.1)均匀地置于瓷舟中,覆盖 0.5 g 氧化铜(3.2.3),放于干燥器中。

3.5.3.2 接通高温管式电炉电源,分 2 次~3 次逐渐加大电压,使炉温升至 1 250℃。

3.5.3.3 在 150 mL 的吸收瓶中加入 80 mL 过氧化氢吸收液(3.2.10),使吸收液的液面距离气体扩散管下端 50 mm。

3.5.3.4 按图 1 连接好全部装置。在通气的条件下检查装置的气密性。调节氧气流量为 0.15 L/min~0.20 L/min,滴加氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.12)至吸收液为亮绿色,不记读数。

3.5.3.5 用镍铬丝将盛有试料的瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处,立即塞紧橡胶塞通入氧气,调整氧

气流量在 0.15 L/min~0.20 L/min 之间,吸收 1 min 后,调整氧气的流量在 0.40 L/min~0.50 L/min 之间开始滴定,以氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.12)滴定至由紫红色转变成亮绿色为终点。

注:不论新旧燃烧管,开始测定前,均应在 1 200℃~1 250℃充分燃烧,并预烧 1 个~2 个实验样品后,方可进行正式试样的测定。

3.6 结果计算

按式(3)计算硫的质量分数:

$$w(S) = \frac{c(V_2 - V_0) \times 0.016\ 03}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w(S) —— 硫的质量分数,用%表示;
- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V₂ —— 测定时滴定试料溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₀ —— 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,单位为毫升(mL);
- m₀ —— 试料的质量,单位为克(g);
- 0.016 03 —— 硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 单位为 %

硫质量分数	允许差
0.10~1.00	0.10
>1.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.20
>10.00~15.00	0.30

