

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.17—2014  
代替 GB/T 6730.17—1986

---

## 铁矿石 硫含量的测定 燃烧碘量法

Iron ores—Determination of sulfur content—  
Combustion iodometric method

2014-09-30 发布

2015-05-01 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



## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为 64 个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 17 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 6730.17—1986《铁矿石化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量》。本部分与 GB/T 6730.17—1986 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 增加警告部分;
- 增加规范性引用文件;
- 标准中“ $1\,220\,^{\circ}\text{C}\pm 20\,^{\circ}\text{C}$  高温炉”修改为“ $1\,250\,^{\circ}\text{C}\pm 20\,^{\circ}\text{C}$  高温炉”;
- 标准中删掉试剂三氧化钨中用钨的制备方法;
- 标准中试剂“碘化钾(3%)”修改为“碘化钾溶液,30 g/L”;
- 标准中试剂“淀粉溶液(2%)”修改为“淀粉溶液,20 g/L”;
- 标准中仪器 7 增加“注:瓷舟及瓷舟罩应在  $1\,250\,^{\circ}\text{C}\pm 20\,^{\circ}\text{C}$  高温炉中灼烧,以降低空白值”;
- 增加了 8.3 氧化物换算系数;
- 增加了 9 试验报告。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分主要起草单位:鞍钢集团矿业公司、上海出入境检验检疫局、马鞍山钢铁股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:李玉林、陈志华、高景俊、任丽萍、程坚平、孙德明、姚强。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1368—1978、GB/T 6730.17—1986。



## 铁矿石 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 6730 的本部分规定了用燃烧碘量法测定铁矿石中硫含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硫含量的测定。测定范围(质量分数):  
0.002 0%~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 6730.3 铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

### 3 原理

将试料同三氧化钨混合,以氮气作为载气,在  $1\,250\,^{\circ}\text{C}\pm 20\,^{\circ}\text{C}$  高温炉中加热。将产生的二氧化硫气体用含淀粉及碘化钾的稀盐酸溶液吸收,在析出吸收的过程中连续以碘酸钾标准溶液滴定,通过消耗的碘酸钾溶液的体积来计算试样中的硫含量。

### 4 试剂

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 规定的二级水。

4.1 三氧化钨,固体(硫含量小于 0.001%)。三氧化钨应在  $700\,^{\circ}\text{C}\pm 20\,^{\circ}\text{C}$  温度下加热 2 h 预处理,以降低空白值。

4.2 盐酸,1+66。

4.3 碘化钾溶液,30 g/L。

4.4 淀粉溶液,20 g/L。称取 2 g 淀粉,加 10 mL 水使成悬浮液,加入 50 mL 沸水搅拌,再加入 30 mL 饱和硼酸,4 滴~5 滴盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ),冷却,稀释至 100 mL,混匀,待沉淀后,取上层清液使用。

4.5 碘酸钾标准溶液,0.001 042 mol/L。称取 0.223 0 g 预先在  $105\,^{\circ}\text{C}\sim 110\,^{\circ}\text{C}$  烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的基准试剂碘酸钾溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 0.10 mg 硫。

### 5 仪器

燃烧装置示意图见图 1。包括:

a) 1——氮气钢瓶(纯度大于 95%)。

- b) 2——气体流量计:0 L/min~15 L/min。
- c) 3——洗气瓶:内盛高锰酸钾(50 g/L)及氢氧化钾(400 g/L)溶液。
- d) 4——干燥塔:下层装烧碱石棉(粒度 0.70 mm~1.4 mm),上层装无水高氯酸镁(粒度 0.70 mm~1.4 mm),顶端和底部放玻璃棉。
- e) 5——卧式燃烧炉:可保持  $1\,250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- f) 6——瓷管:耐温  $1\,250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $23\text{ mm}\times 27\text{ mm}\times 600\text{ mm}$ 。
- g) 7——瓷舟(长 88 mm,宽 14 mm,深 9 mm)和瓷舟罩(长 83 mm,内径  $\phi 14\text{ mm}$ ,外径  $\phi 18\text{ mm}$ ),瓷舟及瓷舟罩应在  $1\,250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  高温炉中灼烧,以降低空白值。
- h) 8——吸收器:如图 3(口径  $\phi 30\text{ mm}$ ,高 270 mm),装吸收液用。
- i) 9——滴定管:25 mL(测定硫 $\leq 0.025\%$ 时,使用较精密的微量滴定管)。
- j) 10——×点处:接 U 形吸收管,如图 2,内径  $\phi 17\text{ mm}$ ,内盛约 30 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ,粒度 0.70 mm~1.4 mm),两端塞以玻璃棉,需用时安装在瓷管的出口处。

注:如已知或认为试样中含有氯化物,例如以氯化钠、方柱石、氯磷灰石存在,试样燃烧生成的氯气,应在吸收和滴定之前,使气流通过装有氯化亚锡的 U 形玻璃管,将其除去,当分析含氯化物大于 1% 的大量试样时,应适当更换氯化亚锡。当不知试样是否含有氯化物时,亦应配备氯化亚锡吸收管,此装置对测定没有影响。

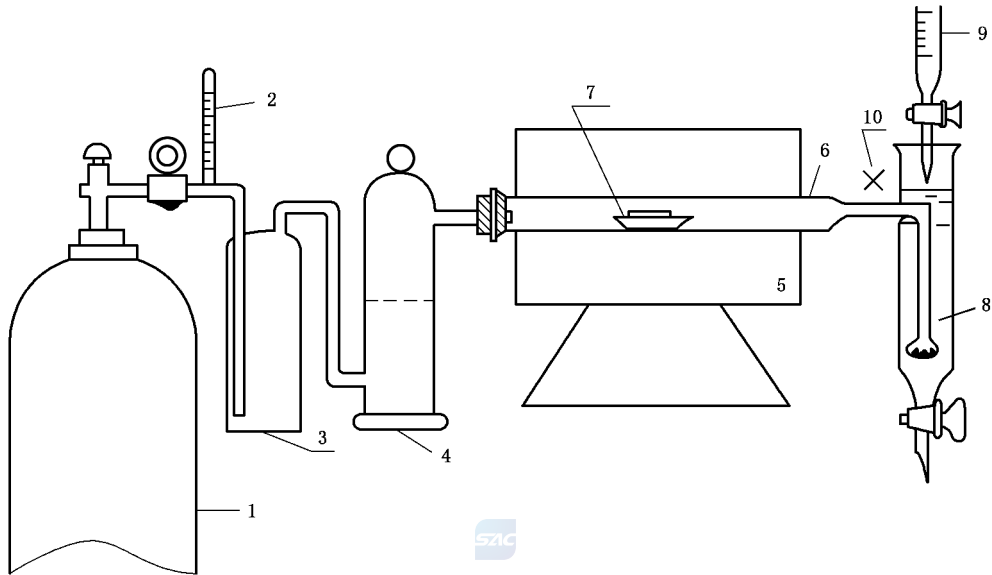


图 1 燃烧装置示意图

单位为毫米

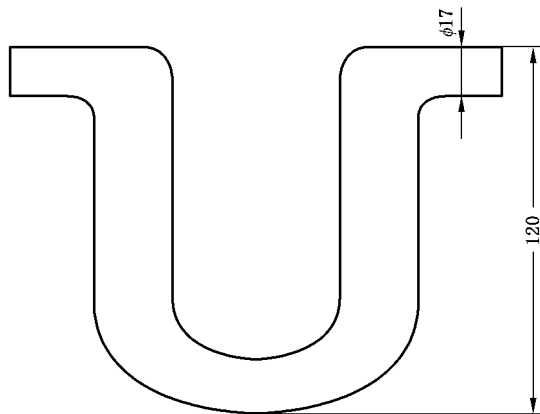


图 2 U 形吸收管规格图

单位为毫米

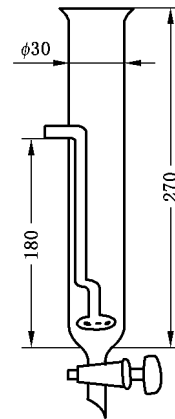


图 3 吸收器规格图

6 取样和制样

6.1 实验室样

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

6.2 预干燥试样的制备

将实验室样充分混合,采用份样缩分法取样。按照 GB/T 6730.1 中的规定,将试样在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  的温度下进行干燥。

7 分析步骤

7.1 测定次数

按照附录 A,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 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

| 硫含量(质量分数)/% | 试料量/g |
|-------------|-------|
| 0.002~0.025 | 1.00  |
| >0.025~0.30 | 0.50  |
| >0.30~0.50  | 0.25  |

7.3 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂需取自同一试剂瓶,空白试验的硫含量不得大于 0.001%。

7.4 验证试验

随同试样分析进行同类型标准样品的验证试验。

7.5 测定

- 7.5.1 按图 1 连接好测定装置,将燃烧炉炉温升至 1 250  $^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$  (指放瓷舟处的温度)。通氮气检查,确信装置不漏气后才能测定。
- 7.5.2 将试料(见 7.2)置于预先盛有约 1.0 g 三氧化钨(见 4.1)的小皿中,充分混匀。
- 7.5.3 将 80 mL 盐酸(见 4.2)、1 mL 碘化钾溶液(见 4.3)、1 mL 淀粉溶液(见 4.4)注入吸收器中,调节氮气流量为 500 mL/min~700 mL/min,在通氮情况下,用碘酸钾标准溶液(见 4.5)滴定至吸收液呈淡蓝色。
- 7.5.4 将同三氧化钨混匀的试样(见 7.5.2),移入瓷舟中,装上瓷舟罩。

7.5.5 将装有试料的瓷舟及瓷舟罩推入卧式燃烧炉中心高温处,立即塞上橡皮塞,以 500 mL/min~700 mL/min 氮气流通过燃烧炉,用碘酸钾标准溶液(见 4.5)滴定吸收液,使吸收液的液面保持淡蓝色。

7.5.6 为防止二氧化硫被载气带出液面,应在通氮气后立即滴定,使吸收液的液面保持淡蓝色。

7.5.7 继续通氮 5 min~6 min,并使吸收液保持稳定的蓝色。重复打开通向燃烧管入口的橡皮塞(为使吸收液倒流入吸收器的气泡内),然后再塞上,如此清洗吸收器 2 次~3 次,最后把溶液滴定至淡蓝色为终点。记录消耗的碘酸钾标准溶液体积( $V_1$ )。

7.5.8 在测定高氟含量(>1%)试样时,应在燃烧管的出口处装一个盛有玻璃棉的球形管,同时每分析一个样品,吸收器需用热的氢氧化钠(200 g/L)清洗一次,然后用水洗净后使用,以防止吸收器堵塞,影响分析结果。

注:一般试样燃烧 5 min~6 min 已足够了,但有些试样需要增加燃烧时间至 10 min,或更长一些,以保证硫从试样中完全释放出来。

8 结果计算

8.1 硫的含量以质量分数  $w_s$  计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_s = \frac{(V_1 - V_2) \times C}{m \times 1\,000} \times K \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:  
 $V_1$ ——滴定试样溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$ ——滴定随同试样的空白溶液所消耗的碘酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);  
 $C$ ——1 mL 碘酸钾标准溶液(0.001 042 mol/L)相当于 0.10 mg 硫;  
 $m$ ——试料量,单位为克(g);  
 $K$ ——由公式  $K = \frac{100}{100 - A}$  所得的换算系数(如使用预干燥试样,则  $K = 1$ ), $A$  是按 GB/T 6730.3 测定得到的吸湿水质量分数。

8.2 分析值的验收

当试样的两个分析结果之差,不大于表 2 所列允许差时,则可予以平均,计算出分析结果。如二者之差大于允许差时,则应按附录 A 的规定,进行追加分析和数据处理。

表 2 % (质量分数)

| 硫含量             | 允许差     |
|-----------------|---------|
| 0.002 0~0.010 0 | 0.001 5 |
| >0.010~0.050    | 0.003   |
| >0.050~0.100    | 0.005   |
| >0.100~0.250    | 0.008   |
| >0.250~0.500    | 0.012   |

8.3 最终结果的计算

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果,并按数字修约规则的规定修约至小数点第四位或第三位。



8.4 氧化物系数

二氧化硫的含量以质量分数  $w_{\text{SO}_2}$  计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{SO}_2} = 1.997\ 9w_s \dots\dots\dots(2)$$

式中:

1.997 9——硫换算为二氧化硫的系数。

9 试验报告

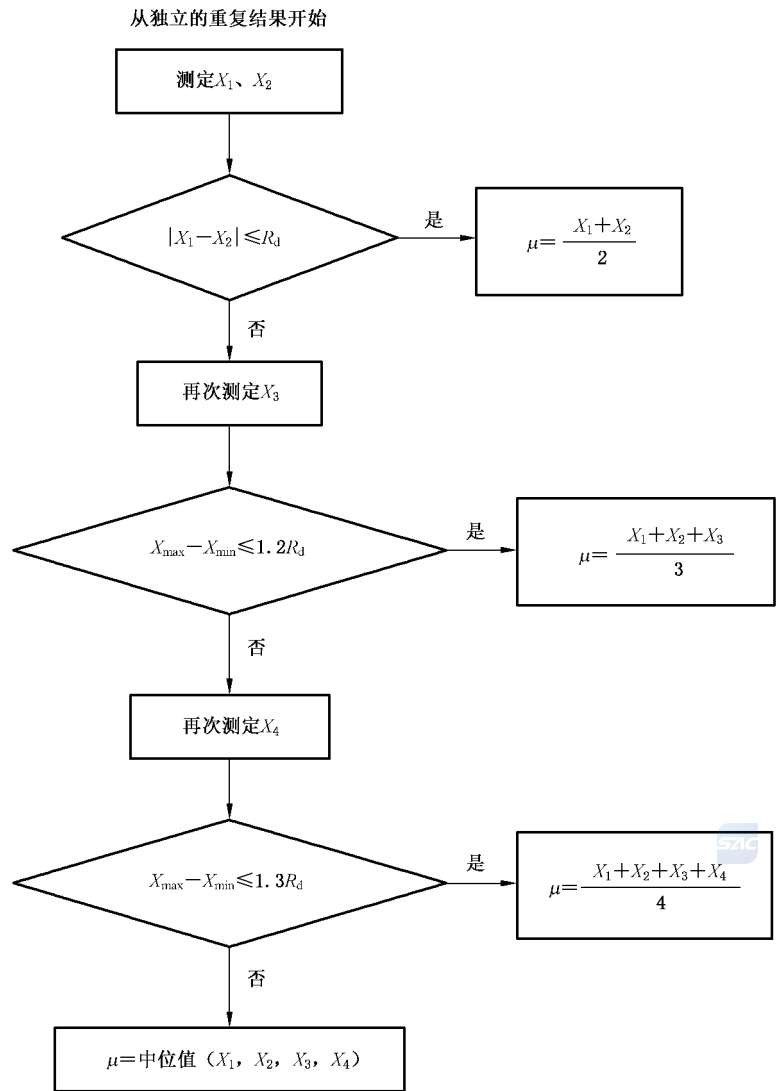
试验报告应包括下列信息:

- 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



注：R<sub>d</sub> 为表 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  
国 家 标 准  
铁矿石 硫含量的测定 燃烧碘量法  
GB/T 6730.17—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: [www.gb168.cn](http://www.gb168.cn)

服务热线: 400-168-0010



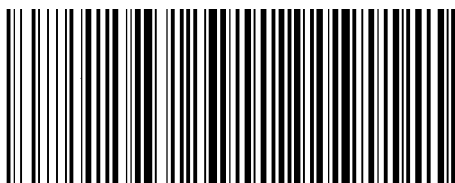
010-68522006

2014年9月第一版

\*

书号: 155066 • 1-50089

版权专有 侵权必究



GB/T 6730.17—2014