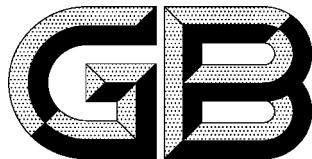


UDC 669.74 : 543.062  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB 8654.11—88

## 金属锰化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

Methods for chemical analysis of manganese metal  
The combustion-neutralization titration method  
for the determination of sulfur content

1988-02-21 发布

1989-03-01 实施

国家 标 准 局 发 布

# 中华人民共和国国家标准

## 金属锰化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

UDC 669.74  
·543.062

GB 8654.11—88

Methods for chemical analysis of manganese metal  
The combustion-neutralization titration method  
for the determination of sulfur content

本标准适用于金属锰及电解金属锰中硫量的测定。测定范围： $\leq 0.120\%$ 。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

试样在高温下通氧燃烧，使硫全部氧化为二氧化硫，吸收于过氧化氢溶液中，使其成为硫酸，用氢氧化钠标准溶液滴定。

### 2 试剂及材料

本标准中所用水均为煮沸驱尽二氧化碳并已冷却的蒸馏水。

- 2.1 氧气：纯度大于 99.5%。
- 2.2 高温燃烧管： $\phi \times L$ , mm; 20~24×600。
- 2.3 瓷舟：预先在 1400 °C 的高温燃烧管中通氧灼烧 5 min，冷却备用。
- 2.4 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。
- 2.5 碱石灰或氢氧化钠(粒状)。
- 2.6 铬酸饱和硫酸：于硫酸 ( $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ ) 中加入重铬酸钾或无水铬酸使其饱和，使用其上部澄清溶液。
- 2.7 吸收液：移取 3.5 mL 过氧化氢(30%)用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 2.8 混合指示剂：称取 0.125 g 甲基红和 0.083 g 次甲基蓝用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 2.9 氨基磺酸标准溶液

称取约 0.100 0 g(精确至 0.1 mg)预先在真空硫酸干燥器中干燥约 48 h、纯度大于 99.90% 的氨基磺酸( $\text{NH}_3\text{SO}_3\text{H}$ )于 300 mL 烧杯中，用 30 mL 水使之完全溶解，移入 500 mL 棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

- 2.10 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.005 \text{ mol/L}$
- 2.10.1 配制

称取 0.200 0 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中，加入 1 mL 新配制的氢氧化钡饱和溶液，混匀，隔绝二氧化碳放置 2~3 日，使用时取上部澄清溶液。
- 2.10.2 标定

移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液(2.9)于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水，加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂(0.1%)，立即用氢氧化钠标准溶液(2.10.1)滴定至溶液由黄色变为蓝色并保持 30 s 不褪色为终点。