



中华人民共和国国家标准

GB/T 4700.7—1998

硅钙合金化学分析方法 红外线吸收法和燃烧碘酸钾滴定法 测定硫量

Methods for chemical analysis of calcium-silicon
The infrared absorption method and the combustion-potassium
iodate titration method for the determination of sulfur content

1998-12-07 发布

1999-07-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准在技术内容上与 JIS G 1324:1989《硅钙合金化学分析方法》中“7.3 燃烧碘酸钾滴定法和 7.5 红外线吸收法测定硫量”等效。

本次修订将 GB/T 4700.7—1988 及 GB/T 4700.8—1988 合并为一个标准,包括:方法 I 红外线吸收法测定硫量和方法 II 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量。与原标准比较,红外线吸收法技术内容增加规定“每次分析后清扫仪器中的粉尘”;燃烧碘酸钾滴定法的测定范围由“ $<0.070\%$ ”改为“ $0.005\% \sim 0.070\%$ ”,试样熔融温度由“ $1\,400 \sim 1\,450^{\circ}\text{C}$ ”改为“ $1\,350 \sim 1\,400^{\circ}\text{C}$ ”。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 4700.7—1988《硅钙合金化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》及 GB/T 4700.8—1988《硅钙合金化学分析方法 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量》。

本标准由原中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由原冶金部信息标准研究院归口。

本标准起草单位:新余钢铁有限公司、吉林铁合金厂、湖南铁合金厂。

本标准主要起草人:付韬、董明学、黄荣清、张水菊、张玉兰、黄静。

本标准于 1988 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

硅钙合金化学分析方法
红外线吸收法和燃烧碘酸钾滴定法
测定硫量

GB/T 4700.7—1998

代替 GB/T 4700.7—1988
GB/T 4700.8—1988

Methods for chemical analysis of calcium-silicon
The infrared absorption method and the combustion-potassium
iodate titration method for the determination of sulfur content

1 范围

本标准规定了用红外线吸收法及燃烧碘酸钾滴定法测定硫量。

本标准适用于硅钙合金中硫量的测定。测定范围:0.005%~0.070%。

2 方法 I 红外线吸收法测定硫量

2.1 方法提要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化硫吸收某特定波长的红外能,其吸收能与二氧化硫浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得硫量。

2.2 试剂及材料

2.2.1 高氯酸镁:无水、粒状。

2.2.2 烧碱石棉:粒状。

2.2.3 玻璃棉。

2.2.4 钨粒:硫量小于0.0002%,粒度0.8~1.4 mm。

2.2.5 锡粒:硫量小于0.0003%,粒度0.4~0.8 mm。

2.2.6 纯铁:纯度大于99.8%,硫量小于0.002%,粒度0.8~1.68 mm。

2.2.7 氧气:纯度大于99.95%,其他级别的氧气若能获得低而一致的空白时,也可以使用。

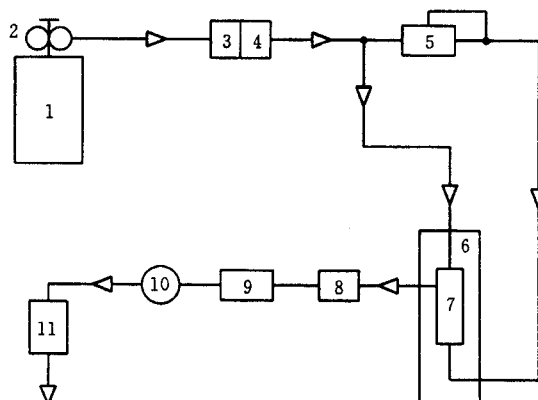
2.2.8 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)小于0.5%。

2.2.9 素质坩埚:外径×高度,23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在1200℃的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低。

2.2.10 坩埚钳。

2.3 仪器及设备

2.3.1 红外线吸收定硫仪(灵敏度为 0.1×10^{-6}),其装置如图1:



1—氧气瓶；2—两级压力调节器；3—洗气瓶；4、9—干燥管；5—压力调节器；6—高频感应炉；
7—燃烧管；8—除尘器；10—流量控制器；11—二氧化硫红外检测器

图1 红外线吸收定硫仪装置图

2.3.1.1 洗气瓶(图注3):内装烧碱石棉(2.2.2)。

2.3.1.2 干燥管(图注4、9):内装高氯酸镁(2.2.1)。

2.3.2 气源

2.3.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

2.3.2.2 动力气源系统包括动力气(2.2.8)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

2.3.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

2.3.4 控制系统

2.3.4.1 微机处理机系统包括中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏、分析结果显示屏和分析结果打印机等。

2.3.4.2 控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正处理等。

2.3.5 测量系统

主要由微机控制的电子天平(感量不大于1.0 mg),红外线分析器和电子测量元件组成。

2.4 试样

试样应通过0.125 mm筛孔。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样量

称取0.200~0.250 g试样。

2.5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

2.5.3 分析准备

调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态,并选用最佳分析条件。

2.5.4 校正试验

2.5.4.1 根据待测试样的含硫量,选择相应的量程或通道,并选择三个同种类型标样(待测试样含碳量应落在所选三个标样含硫量的范围内)依次进行校正,测得结果的波动应在允许误差范围内,以确认系统的线性,否则应调节系统的线性。

2.5.4.2 不同量程或通道,应分别测其空白值并校正。当分析条件变化时,应重新测定空白并校正。

2.5.5 测定

2.5.5.1 按待测试样的含硫量范围,分别选择最佳分析条件。

2.5.5.2 将称取的试样(2.5.1)均匀置于三只预先盛有 0.500 0 g 锡粒(2.2.5)垫底,其上有 0.300 0 g 纯铁(2.2.6)的坩埚(2.2.9)内,然后再依次均匀覆盖 0.400 0 g 纯铁(2.2.6)和 1.500 g 钨粒(2.2.4),开始分析,直至读取分析结果。

三份试样的分析结果应在允许差范围内,否则应补充分析,取三份相接近的结果,求其算术平均值报出。

2.5.5.3 每次分析后清扫仪器中的粉尘。

2.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 规定的允许差。

表 1 允许差

%

硫 量	允许差	硫 量	允许差
0.005~0.015	0.002	>0.025~0.045	0.004
>0.015~0.025	0.003	>0.045~0.070	0.006

3 方法 I 燃烧碘酸钾滴定法

3.1 方法提要

试样在氧气流中燃烧,硫全部氧化为二氧化硫,被酸性淀粉溶液吸收后,用碘酸钾标准溶液滴定。

3.2 试剂及材料

本标准所用水均为煮沸过驱尽二氧化碳,并已冷却的蒸馏水。

3.2.1 氧气:纯度大于 99.5%。

3.2.2 高温燃烧管:内径×长度,20 mm×600 mm 或 24 mm×600 mm。

3.2.3 瓷舟:预先在 1 200℃的高温炉中加热灼烧 4 h,冷却备用。

3.2.4 高纯铁:硫量小于 0.001 0%。

3.2.5 五氧化二钒:粉状,硫量小于 0.001 0%。

3.2.6 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。

3.2.7 碱石灰或氢氧化钠:粒状。

3.2.8 铬酸饱和硫酸:于硫酸(ρ 1.84 g/mL)中加入重铬酸钾或铬酸酐使其饱和,使用其上部澄清液。

3.2.9 淀粉溶液:称取 1.0 g 可溶性淀粉于 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 水,调匀;加入 50 mL 沸水,不断搅拌,于电炉上煮沸约 1 min,取下冷却。另取 1.5 g 碘化钾溶解于 10 mL 水中,将此溶液加入淀粉溶液中,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.2.10 吸收液或参照液:移取 60 mL 盐酸(1.5+98.5),加入 2 mL 淀粉溶液(3.2.9)、2~3 滴碘酸钾标准溶液(3.2.11),使溶液呈淡蓝色,此溶液使用时配制二瓶,其中一瓶测定时用作吸收液;另一瓶用作判断滴定终点的参照液。

3.2.11 碘酸钾标准溶液

3.2.11.1 配制:称取 0.222 5 g 碘酸钾基准试剂、1 g 碘化钾和 0.10 g 氢氧化钠溶解于水中,并稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.11.2 标定:称取 0.500 0 g 与试样组成类似的标准试样,按 3.5.3 进行。空白试验按 3.5.2 进行。

按公式(1)计算碘酸钾标准溶液对硫的滴定度:

$$T = \frac{m_1 \cdot S}{(V_1 - V_0) \times 100} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/mL;

m_1 ——标准试样量, g;

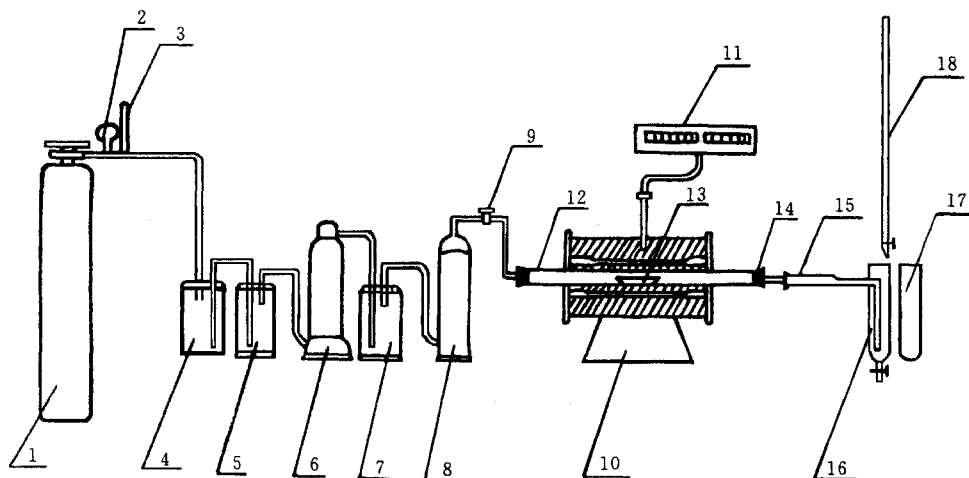
S ——标准试样的含硫量, %;

V_1 ——滴定标准试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL。

3.3 仪器及装置

3.3.1 定硫装置如图 2。



1—氧气瓶; 2—氧气压力表; 3—流量计; 4—缓冲瓶; 5—洗气瓶, 内盛铬酸饱和硫酸; 6—干燥塔, 内盛碱石灰或氢氧化钠(粒状); 7—洗气瓶, 内盛硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$); 8—干燥塔, 内盛硅胶、活性氧化铝; 9—两通活塞; 10—高温燃烧炉(长约 300 mm); 11—自动温度控制器(附电热偶), 控制炉温在 $1400 \sim 1450^\circ\text{C}$; 12—高温燃烧管; 13—瓷舟; 14—硅胶塞; 15—干燥管; 16—吸收瓶(不带浮珠); 17—参比液; 18—微量滴定管

图 2 定硫装置示意图

3.3.2 吸收瓶如图 3。

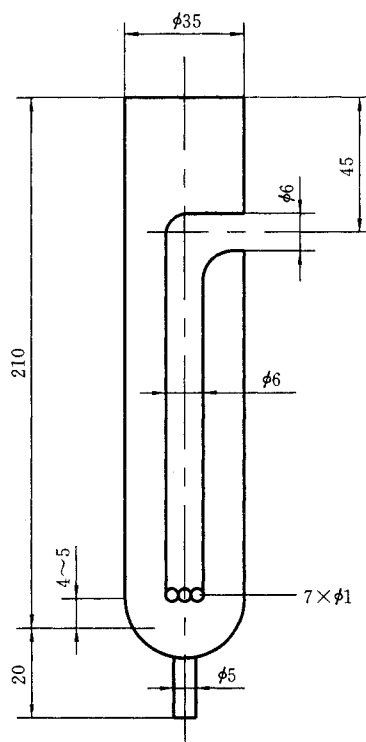


图 3 吸收瓶

3.4 试样

试样应通过 0.125 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 试样量

称取 0.500 0 g 试样。

3.5.2 空白试验

将预先盛有 1 g 高纯铁(3.2.4)、0.25 g 五氧化二钒(3.2.5)的瓷舟(3.2.3)按 3.5.3 进行空白试验,测定数次取其平均值。

3.5.3 测定

3.5.3.1 连接定硫装置各部分,并检查气密性,加热高温燃烧管(图 2 注 12),使管内温度控制在 1 350 ~ 1 400℃,移取 40 mL 吸收液(3.2.10)于吸收瓶(图 2 注 16)中。

3.5.3.2 将试样(3.5.1)移入预先盛有 1 g 高纯铁(3.2.4)的瓷舟(3.2.3)中,再覆盖 0.25 g 五氧化二钒(3.2.5),推入高温燃烧管(图 2 注 12)中心高温部位,塞紧硅胶塞(图 2 注 14)(特别注意密封),缓缓通入氧气使吸收液不回流。

3.5.3.3 以约 600 mL/min 的流量通入氧气使试样燃烧,将产生的二氧化硫导入吸收瓶(图 2 注 16)中,对照参比液(3.2.10),用碘酸钾标准溶液(3.2.11)滴定至试液与参比液的淡蓝色相同,然后以 900 ~ 1 000 mL/min 的氧气流量由两通活塞(图 2 注 9)控制间歇通氧 3 min,如吸收液褪色,则继续以碘酸钾标准溶液(3.2.11)滴定至试液与参比液的淡蓝色相同为终点。

3.6 分析结果的计算

按公式(2)计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{(V_2 - V_0)T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——滴定试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/mL;

m ——试样量, g。

3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 规定的允许差。

表 2 允许差 %

硫 量	允许差	硫 量	允许差
0.005~0.015	0.002	>0.025~0.045	0.004
>0.015~0.025	0.003	>0.045~0.070	0.006

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅钙合金化学分析方法
红外线吸收法和燃烧碘酸钾滴定法
测定硫量

GB/T 4700.7—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12 千字

1999年7月第一版 1999年7月第一次印刷

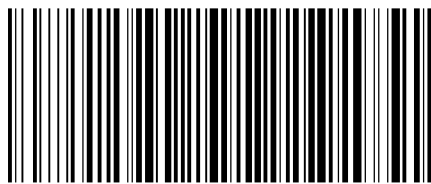
印数 1—1 000

*

书号: 155066 • 1-15906 定价 10.00 元

*

标 目 377—06



GB/T 4700.7-1998