

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3654.6—2008  
代替 GB/T 3654.6~3654.7—1983

GB/T 3654.6—2008

## 铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、 次甲基蓝光度法和红外线吸收法

Ferroniobium—Determination of sulfur content—  
Combustion-iodate titrimetric method, methylene blue  
photometric method and infrared absorption method

中华人民共和国  
国家标准  
铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、  
次甲基蓝光度法和红外线吸收法  
GB/T 3654.6—2008

\*  
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 1 字数 18 千字  
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-32263 定价 16.00 元

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



GB/T 3654.6—2008

2008-05-13 发布

2008-11-01 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

本部分是对 GB/T 3654.6—1983《铌铁化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量》和 GB/T 3654.7—1983《铌铁化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 3654.6—1983 和 GB/T 3654.7—1983。

本部分与 GB/T 3654.6—1983 和 GB/T 3654.7—1983 比较,主要进行的修订是:  
增加了红外线吸收法。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:杨帆、高林、刘冰、于桂萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3654.6—1983;

——GB/T 3654.7—1983。

5.5.2 空白试验

称取 0.500 g 硫含量小于 0.002 0% 纯铁标样置于预先盛有 0.200 g±0.005 g 锡粒(5.2.5)的坩埚中(5.2.9),覆盖 1.500 g±0.005 g 钨粒(5.2.4),于同一量程或通道,按 5.5.5 进行测定。重复足够次数,直至得到低而比较一致的读数(空白值应等于测定的硫量与已知标样之差)。记录至少三次读数,计算平均空白值,并参考仪器说明书,将空白值输入到分析仪中,则仪器在测定试料时会进行空白值的电子补偿。

5.5.3 分析准备

5.5.3.1 按说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态。

5.5.3.2 选择设置最佳分析条件。

5.5.3.3 应用标准样品及助熔剂按 5.5.5 作两次试测,以确定仪器是否正常。

5.5.3.4 称取 0.500 g 含硫量为 0.002 5% 左右的标准样品(或纯铁标准样品)若干份,按 3.5.5 进行测定,其结果波动应在±0.000 3% 范围内,否则应按仪器要求调节仪器的灵敏度。

5.5.4 校正试验

5.5.4.1 根据待测试料的含硫量,选择相应的量程或通道,并选择三个同类型标准样品(待测试料含硫量应落在所选三个标准样品含硫量的范围内)。依次进行校正,测得结果的波动应在允许差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

5.5.4.2 不同量程或通道,应分别测其空白值并校正。

5.5.4.3 当分析条件变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时,都要求重新测定空白值并校正。

5.5.5 测定

5.5.5.1 按待测试料的含硫范围,分别选择仪器的最佳分析条件:如仪器的燃烧积分时间、比较水准(或设定数)的设置等。

5.5.5.2 将称取的试料(5.5.1)置于预先盛有 0.30 g±0.005 g 锡粒(5.2.5)的坩埚(5.2.8)内,覆盖 1.50 g±0.005 g 钨粒(5.2.4),钳取坩埚放到炉台坩埚座上,按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

5.6 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 %

| 硫量(质量分数)     | 允许差   |
|--------------|-------|
| 0.005~0.015  | 0.002 |
| >0.015~0.025 | 0.003 |
| >0.025~0.045 | 0.004 |
| >0.045~0.070 | 0.006 |
| >0.070~0.090 | 0.008 |

6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

## 铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、次甲基蓝光度法和红外线吸收法

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

本部分规定了用碘量法、次甲基蓝光度法和红外线吸收法测定铌铁中硫的含量。

本部分适用于铌铁中硫含量的测定。碘量法的测定范围(质量分数):0.035%~0.090%;次甲基蓝光度法的测定范围(质量分数):0.005 0%~0.035%;红外线吸收法的测定范围(质量分数):0.005 0%~0.090%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一 碘量法

3.1 原理

试料于 1 300℃ 的高温炉中加热并通氧燃烧,使硫氧化成二氧化硫,被淀粉溶液吸收后,以碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色为终点,计算出硫的含量。

3.2 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 五氧化二钒,固体。

3.2.2 硫酸铅和五氧化二钒混合物,称取 0.037 8 g 硫酸铅、9.962 2 g 五氧化二钒,置于玛瑙研钵中,充分研磨,使硫酸铅和五氧化二钒混匀。

3.2.3 淀粉溶液,称取 10 g 可溶性淀粉,用少量水调成糊状,加入 500 mL 沸水,搅匀,加热煮沸,取下,加入 500 mL 水,10 滴盐酸(ρ1.19 g/mL),搅拌均匀后静置澄清。使用时取 25 mL 上面澄清液,加 15 mL 盐酸(ρ1.19 g/mL),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.4 碘酸钾标准滴定溶液

3.2.4.1 称取 0.356 7 g 碘酸钾溶于水后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取 200 mL 碘酸钾,置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 1 g 碘化钾,待其溶解后,以水稀释至刻度,混匀。

3.2.4.2 碘酸钾标准滴定溶液的标定:称取 0.500 0 g 硫酸铅和五氧化二钒混合物(3.2.2),置于瓷舟中,以下按 3.5.2.2 进行。根据所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的滴定度。

$$T = \frac{m_1 \times 0.105 5}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T——碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m<sub>1</sub>——称取硫酸铅的量,单位为克(g);